

THESE

CONTRIBUTION A L' ETUDE DES PHENOMENES ANELASTIQUES
LIES A LA PRESENCE D' INTERSTITIELS DANS LES ACIERS
DE STRUCTURES AUSTENITIQUE ET MARTENSITIQUE

présentée devant l'Université de Nancy I

pour obtenir

le DIPLOME DE DOCTEUR-INGENIEUR

par

HOANG GIA KY

Ingénieur E.N.S.E.M.

Maître ès Sciences

soutenue le 13 Juin 1975 devant la Commission d'Examen

°°

JURY

Monsieur le Professeur R. FAIVRE	Président
Monsieur le Doyen J. AUBRY	} Examineurs
Monsieur le Professeur M. GERL	
Monsieur J. FOCT	
Messieurs les Professeurs P. GOBIN	} Invités
G. VERCHERY	

1975

ERRATA

Page	Ligne	LIRE
2	4	n'approfondit
10	10	système
-	11	oscillations
22	9	(7) WARREN P. MASON
29	17	d'Arrhénius
35	10	voisine
-	16	éventuelles <i>au lieu de</i> essentielles
38	9	(0,65 mm/s) <i>au lieu de</i> (0,25 mm/s)
48	29	(x < 20) <i>au lieu de</i> (x < 2)
49	20	paires (i-i) ; à partir de <i>au lieu de</i> paires (i-i) à partir de
-	25	relaxation (i-i). Il <i>au lieu de</i> relaxation (i-i) il
58	12	(35) Y. QUERE
60	8	leur histoire ...
65	2 et 3	brutale
-	12	contraction <i>au lieu de</i> concentration
70	12	constant, si la <i>au lieu de</i> constant si la
72	13	conserve néanmoins une quantité <i>au lieu de</i> conserve une quantité
74	5	ambiante
78	5	- 100°C (M ₁)
80	24	pics
83	Fig. III.9	Ajouter les indices (1) et (2). (2) <i>correspondant à la courbe avec les points noirs.</i> <i>Lire : (2) : Q⁻¹ (T) deuxième montée</i>
84	Fig. III.10	Ajouter les indices (1) <i>courbe continue, (2) courbe pointillée.</i>
88	22	pour l'instant une détermination <i>au lieu de</i> pour l'instant cependant une détermination
95	Fig. III.15	Ajouter les indices aux courbes Q ⁻¹ (T) : (1) : <i>courbe continue, (2) : courbe pointillée, (3) : courbe avec des points noirs.</i> <i>et aux courbes P (T) (1') : courbe continue, (3') : courbe avec des points noirs</i>
100	3	dureté
105	20	entre l'hydrogène
106	7	carbone, laissent <i>au lieu de</i> carbone laissent
106	21	a signalé
111	28	et M ₃ . <i>au lieu de</i> et M ₃ augmentées
112	25	$\phi = \phi (\lambda, T, \nu, \epsilon)$
113	11	G(T) <i>au lieu de</i> G ⁻¹ (T)
114	22	$\frac{\partial D}{\partial \epsilon}$ <i>au lieu de</i> $\frac{\delta D}{\delta \epsilon}$
123	Fig. III.24	Ajouter les indices (1) (courbe continue) et (2) (courbe avec les points noirs).
124	28	constaté, pour <i>au lieu de</i> constaté que, pour
	29	pic M ₅ : lors <i>au lieu de</i> pic M ₅ lors
127	19	soit le pic <i>au lieu de</i> soit que le pic
142	1	diffusion, <i>au lieu de</i> diffusion
143	29	dans la martensite. <i>au lieu de</i> dans la martensite au frottement intérieur.
161	17	a <i>au lieu de</i> à
162	20	entre - 196 et 40°C.
163	3	bosse <i>au lieu de</i> basse
	10	effet SNOEK <i>au lieu de</i> effet de SNOEK

THESE

CONTRIBUTION A L' ETUDE DES PHENOMENES ANELASTIQUES
LIES A LA PRESENCE D' INTERSTITIELS DANS LES ACIERS
DE STRUCTURES AUSTENITIQUE ET MARTENSITIQUE

présentée devant l'Université de Nancy I

pour obtenir

le DIPLOME DE DOCTEUR-INGENIEUR

par

HOANG GIA KY

Ingénieur E.N.S.E.M.

Maître ès Sciences

soutenue le 13 Juin 1975 devant la Commission d'Examen

° ° °

JURY

Monsieur le Professeur R. FAIVRE Président

Monsieur le Doyen J. AUBRY

Monsieur le Professeur M. GERL

Monsieur J. FOCT

Messieurs les Professeurs P. GOBIN

G. VERCHERY

}
}
}

.....

Examineurs

.....

Invités

1975

1834

UNIVERSITY OF LEIDEN
LIBRARY
DEPARTMENT OF ORIENTAL STUDIES

UNIVERSITY OF LEIDEN

LIBRARY

DEPARTMENT OF ORIENTAL STUDIES



UNIVERSITY OF LEIDEN

LIBRARY

DEPARTMENT OF ORIENTAL STUDIES

UNIVERSITY OF LEIDEN

LIBRARY

DEPARTMENT OF ORIENTAL STUDIES

A Monsieur le Professeur René FAIVRE

Hommage respectueux.

A Monsieur Jacques FOCT

Hommage reconnaissant.

AVANT-PROPOS

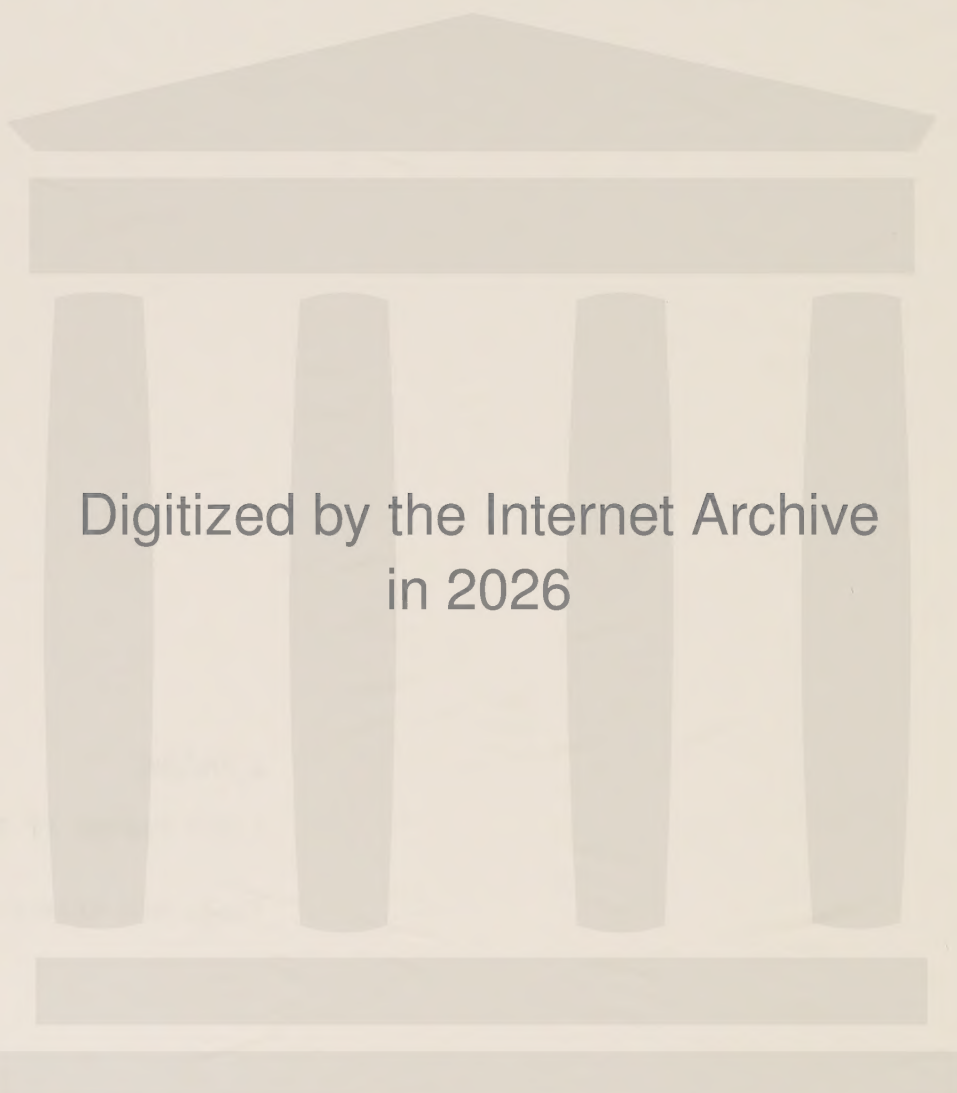
A MES PARENTS

A qui je dois tout.

A PHƯƠNG

A MES FRÈRES ET SOEURS

Toute mon affection.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

AVANT - PROPOS

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Métallurgie de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy.

Nous tenons à exprimer toute notre reconnaissance à Monsieur Le Professeur René FAIVRE, Directeur du Laboratoire de Métallurgie, pour l'accueil qu'il nous a réservé et pour l'intérêt constant qu'il a porté à notre travail. Monsieur Le Professeur FAIVRE a bien voulu examiner ce mémoire et présider la Commission d'examen, nous l'en remercions très sincèrement.

Monsieur le Doyen Jacques AUBKY a suivi avec beaucoup d'intérêt nos débuts dans la recherche, nous le prions de bien vouloir agréer l'expression de notre reconnaissance.

Monsieur le Professeur Pierre F. GOBIN nous a très souvent ouvert les portes de son laboratoire à l'I.N.S.A. de Lyon. Nous avons eu avec les Membres de son équipe de recherche les plus fructueux échanges. Nous tenons à remercier Monsieur Le Professeur GOBIN d'avoir bien voulu examiner nos résultats et nos interprétations.

Que Messieurs Maurice GEKL, Professeur à l'Université de Nancy I et Georges VERCHERY, Maître de Conférences à l'Université de Technologie de Compiègne, veulent bien trouver l'expression de notre gratitude pour avoir accepté d'appartenir à notre Jury.

Nous adressons à Monsieur Jacques FOCT, nos plus vifs remerciements. Il nous a initié à la recherche et nous a fait bénéficier de son expérience. Son aide constante dans l'interprétation des résultats et la rédaction de ce mémoire a été inestimable.

Jamais nos collègues du Laboratoire ne nous ont refusé leur aide, nous tenons à les remercier en particulier Monsieur HENNINGER pour la réalisation matérielle des dispositifs mécaniques ainsi que nos collègues HILGER, LE CAER et METAUER.

Enfin, nous remercions Madame NOBLE et Monsieur COLLERET qui ont participé de très près à la mise en forme de ce mémoire.

TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS

<u>INTRODUCTION</u>		1
---------------------	-------	---

<u>CHAPITRE I</u>	- TECHNIQUES EXPERIMENTALES	3
-------------------	-----------------------------------	---

I.1	<u>Elaboration des alliages</u>	3
-----	---------------------------------------	---

I.1.1	Alliages ternaires Fe-Ni-C et Fe-Mn-C	3
-------	---	---

I.1.2	Alliages binaires Fe-C	5
-------	------------------------------	---

I.2	<u>Appareillages</u>	8
-----	----------------------------	---

I.2.1	Dispositif de mesure du frottement intérieur: pendule de torsion	8
-------	---	---

I.2.1.1	Principe de la mesure	8
---------	-----------------------------	---

I.2.1.2	Le pendule de torsion	11
---------	-----------------------------	----

I.2.1.3	Dispositif d'asservissement	14
---------	-----------------------------------	----

I.2.2	Technique Mössbauer	16
-------	---------------------------	----

I.2.3	Autres techniques	19
-------	-------------------------	----

a)	Dilatométrie différentielle	19
----	-----------------------------------	----

b)	Microscopie optique	20
----	---------------------------	----

c)	Diffraction des rayons X	21
----	--------------------------------	----

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I		22
-----------------------------	-------	----

<u>CHAPITRE II</u>	- PHENOMENES ANELASTIQUES LIES A LA PRESENCE DE CARBONE DANS UNE MATRICE AUSTENITIQUE	23
--------------------	--	----

II.1	Etude expérimentale par frottement intérieur dans les austénites Fe-Ni-C et Fe-Mn-C	24
------	--	----

II.1.1	Mesures anélastiques dans les alliages Fe-Ni-C	26
--------	--	----

II.1.2	Frottement intérieur dans les alliages aus- ténitiques Fe-Mn-C	29
--------	---	----

II.2	Etude des alliages austénitiques par spectrométrie Mössbauer	35
II.2.1	Etude par spectrométrie Mössbauer d'un alliage austénitique Fe-C	36
II.2.2	Etude par spectrométrie Mössbauer des austénites ternaires Fe-Ni-C et Fe-Mn-C	39
II.3	Discussion	42
II.3.1	Relaxations anélastiques dues aux défauts ponctuels	42
II.3.2	Nature du phénomène observé	43
	CONCLUSIONS	56
	BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II	57

CHAPITRE III	- PHENOMENES ANELASTIQUES OBSERVES LORS DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE ET DU REVENU DES MARTENSITES AU CARBONE	59
III.1	Phénomènes observés lors de la transformation martensitique	60
III.1.1	Rappels sur la transformation martensitique	60
III.1.2	Résultats obtenus lors de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$	62
III.1.3	Discussion	67
III.2	Phénomènes anélastiques observés lors du vieillissement et du revenu de la martensite	73
III.2.1	Etude anélastique de la martensite au carbone entre - 196 et 20°C (domaine D_1)	74
III.2.1.1	Résultats expérimentaux	74
III.2.1.2	Discussion des résultats expérimentaux obtenus dans le domaine D_1 (- 196, 20°C)	98
	A - Contexte	98
	B - Discussion	107
III.2.2	Etude anélastique de la martensite entre 20 et 250°C (domaines D_2 et D_3)	116
III.2.2.1	Résultats expérimentaux	117

III.2.2.2 Discussions et interprétations des phénomènes anélastiques relatifs aux domaines D_2 et D_3	137
III.2.2.2.1 Discussion et interpréta- tion du phénomène observé dans le domaine D_2	138
III.2.2.2.2 Discussion et interpréta- tion du pic M_5 (domaine D_3)	143
- Les différents modèles proposés pour le pic M_5	143
- Interprétation proposée pour le pic M_5	147
CONCLUSIONS	155
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III	156
<u>CONCLUSIONS GENERALES</u>	161

INTRODUCTION

A côté d'essais classiques, traction, fluage, rupture, fatigue, les mesures anélastiques offrent des possibilités intéressantes dans les études des propriétés mécaniques des matériaux. Très souvent cependant les mesures de frottement intérieur ou d'atténuation ultrasonore sont délicates à exploiter et ce, en raison même de leur sensibilité aux différents mécanismes responsables des caractéristiques mécaniques. Il est nécessaire, en particulier de bien préciser dans quel matériau ces mesures sont effectuées et d'en connaître les caractéristiques structurales.

Nous avons choisi d'étudier un matériau connu pour son importance industrielle : l'acier. En fait, cette dénomination est très imprécise, elle recouvre un grand nombre d'alliages de compositions variées et de structures différentes : ferritique, austénitique, martensitique, bainitique, perlitique...

Dans ces différentes structures, l'influence des interstitiels, carbone ou azote, sur les propriétés mécaniques, est souvent déterminante. C'est ce rôle que nous avons cherché à préciser dans les austénites et les martensites fer-carbone alliées ou non ou dans un mélange de ces phases. L'austénite et la martensite ont fait l'objet de nombreuses études structurales par microscopie électronique, diffraction des rayons X et des électrons, spectrométrie Mössbauer ...

L'influence des interstitiels sur les propriétés mécaniques est liée aux interactions des dislocations avec les interstitiels et par conséquent dépend de la distribution de ces défauts ponctuels. Cette distribution souvent marquée par son caractère métastable évolue pour conduire à des phénomènes de préprécipitation ou de précipitation.

Tout au long de notre étude, nous avons cherché à analyser les différents phénomènes dans le domaine de température le plus large possible de façon à les identifier même de façon grossière et à les isoler les uns des autres. En contre partie, notre étude n'approfondie peut être pas suffisamment les domaines ainsi définis, cette étape a parfois été entreprise par d'autres auteurs ; nous tenterons de la compléter.

Nous nous sommes efforcé de dégager les constantes de comportement de façon à établir des données expérimentales qualitativement exactes quitte à souligner certaines contradictions. Il faut signaler à ce sujet que cette méthodologie implique un nombre important d'expériences ce qui nous a amené à utiliser un dispositif d'acquisition automatique garant d'une rapidité suffisante. Les mesures sont effectuées à l'aide d'un pendule de torsion, à des fréquences voisines du hertz, fréquence favorable à l'observation de phénomènes de relaxation à des températures suffisamment basses compatibles avec la faible stabilité des alliages étudiés. L'acquisition simultanée du frottement intérieur et de la période d'oscillation présente l'avantage d'offrir deux grandeurs d'origine anélastique complémentaire.

L'une des difficultés majeures de ce type d'étude réside dans la caractérisation des phases étudiées et dans leur préparation. En particulier, l'usage d'alliages ternaires est souvent imposé pour retarder les phénomènes d'auto-revenu dans la martensite ou pour augmenter la stabilité de l'austénite.

Dans une première partie, nous décrivons les dispositifs expérimentaux utilisés. Un deuxième chapitre sera consacré aux phénomènes observés dans les alliages austénitiques. Le troisième chapitre sera consacré à l'exposé des résultats acquis dans les martensites entre 77°K et 600°K et à une discussion des modèles proposés.

CHAPITRE I

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

L'étude que nous présentons a exigé l'emploi de la plupart des techniques disponibles au laboratoire. Nous nous limiterons essentiellement ici à indiquer les méthodes de préparation des échantillons et à décrire le dispositif de mesure de frottement intérieur que nous avons mis en place au laboratoire en compagnie de J. Foct.

I.1 - ELABORATION DES ALLIAGES

1.1 - Alliages ternaires fer-nickel-carbone et fer-manganèse-carbone

Les différentes nuances d'alliage Fe-Ni-C et Fe-Mn-C sont préparées à partir du fer ex-carbonyl, de carbone pour analyse spectrographique, de nickel et de manganèse.

Les teneurs en impuretés de ces matières premières sont :

Fer : 0,04 % carbone - 0,022 % azote - 0,22 % oxygène

C : Traces de Ca, Mg, Si, Cu, Fe

Nickel : < 0,02 % impureté

Mn : électrolytique : 99,9 % pureté

Les constituants, en poudre comme le fer et le carbone sont mélangés, brassés puis frittés sous forme de cylindres de 50 mm de diamètre sous une charge de 20 tonnes. La fusion est effectuée sous argon dans un four à induction moyenne fréquence de Balzers. L'addition de nickel ou de manganèse se fait lorsque l'alliage Fe-C est liquide. Un maintien prolongé en phase liquide et le brassage dû aux courants de Foucault favorisent une bonne homogénéisation des alliages.

Les lingots obtenus sont homogénéisés à 1100°C sous vide primaire pendant 24 heures. La structure austénitique est conservée par trempe dans l'eau salée.

Par diffraction des rayons X et microscopie optique, on contrôle la structure austénitique des alliages obtenus. En outre pour les compositions examinées les alliages Fe-Ni-C et Fe-Mn-C sont paramagnétiques.

Nous avons remarqué que le pouvoir graphitisant du nickel est souvent suffisant pour favoriser l'apparition de nodules de graphite ; tous les échantillons présentant ces caractéristiques sont éliminés.

Les analyses chimiques ont été faites par les laboratoires des Centres de Recherches de Pont-à-Mousson et de Pompey.

Les alliages Fe-Ni-C et Fe-Mn-C dont les compositions sont données dans le tableau ci-dessous, ont fait l'objet de notre étude.

Alliage	% C	% Ni	% Mn
Fe 1,2 C 12 Ni	1,28	12	
Fe 0,1 C 16 Ni	1,02	16,3	
Fe 0,8 C 17 Ni	0,80	17,2	
Fe 0,6 C 20 Ni	0,61	20,3	
Fe 0,3 C 26 Ni	0,32	26,4	
Fe 30 Ni	< 0,04	30,4	
Fe Mn C	0,85		13,5
ABADUR MI4 Pompey	1,34		12,85

Tous ces alliages ont été choisis pour leur température M_s située en-dessous de l'ambiante (*figure I.1*).

Sont également utilisés pour les études, les alliages commerciaux XC 100 et XC 80.

Les éprouvettes destinées aux mesures de frottement intérieur ont la forme de plaquette de dimension : $1 \times 5 \times 70 \text{ mm}^3$ ou $0,7 \times 3 \times 70 \text{ mm}^3$. Elles sont découpées à la fraise à faible vitesse et constamment refroidies par arrosage au cours de l'opération pour éviter échauffement et écrouissage superficiels. Après usinage, ces éprouvettes sont maintenues à une température comprise entre 900 et 1100°C sous argon ou sous hydrogène pendant deux heures et trempées à l'eau.

Quant aux échantillons destinés à l'étude par effet Mössbauer, ils sont amincis d'abord mécaniquement sous eau jusqu'à une épaisseur voisine de 50 μm puis par polissage électrolytique dans un bain d'éther monobutylique de l'éthylène glycol (95 %) et d'acide perchlorique (5 %). L'épaisseur des échantillons, mesurée au demi-micron près au palmer, varie de 15 μm à 30 μm suivant les alliages.

1.2 - Alliages binaires fer-carbone

Les échantillons austénitiques Fe-C dépourvus d'éléments d'alliage sont obtenus par carburation en phase gazeuse à partir de fer de fusion de zone. Les méthodes d'élaboration de l'austénite Fe-C ne diffèrent de celles de l'austénite à l'azote que par le choix des mélanges gazeux et des températures de mise en solution. Pour cette raison, l'installation de carburation est inspirée de celle qu'utilise Foct (2) pour la nitruration (*figure I.2*). Les échantillons sont constitués soit par des fils de diamètre 1,7 mm et de 50 mm de longueur soit par des feuilles de $20 \times 20 \text{ mm}^2$ et d'épaisseur 50 μm . Ces échantillons sont suspendus par un fil de tungstène dans un four vertical pouvant atteindre la température de 1200°C et ayant une zone de température homogène de $\pm 5^\circ\text{C}$ de 100 mm de longueur. Un dispositif magnétique permet de déclencher la chute des échantillons dans un bac de trempe. Le liquide de

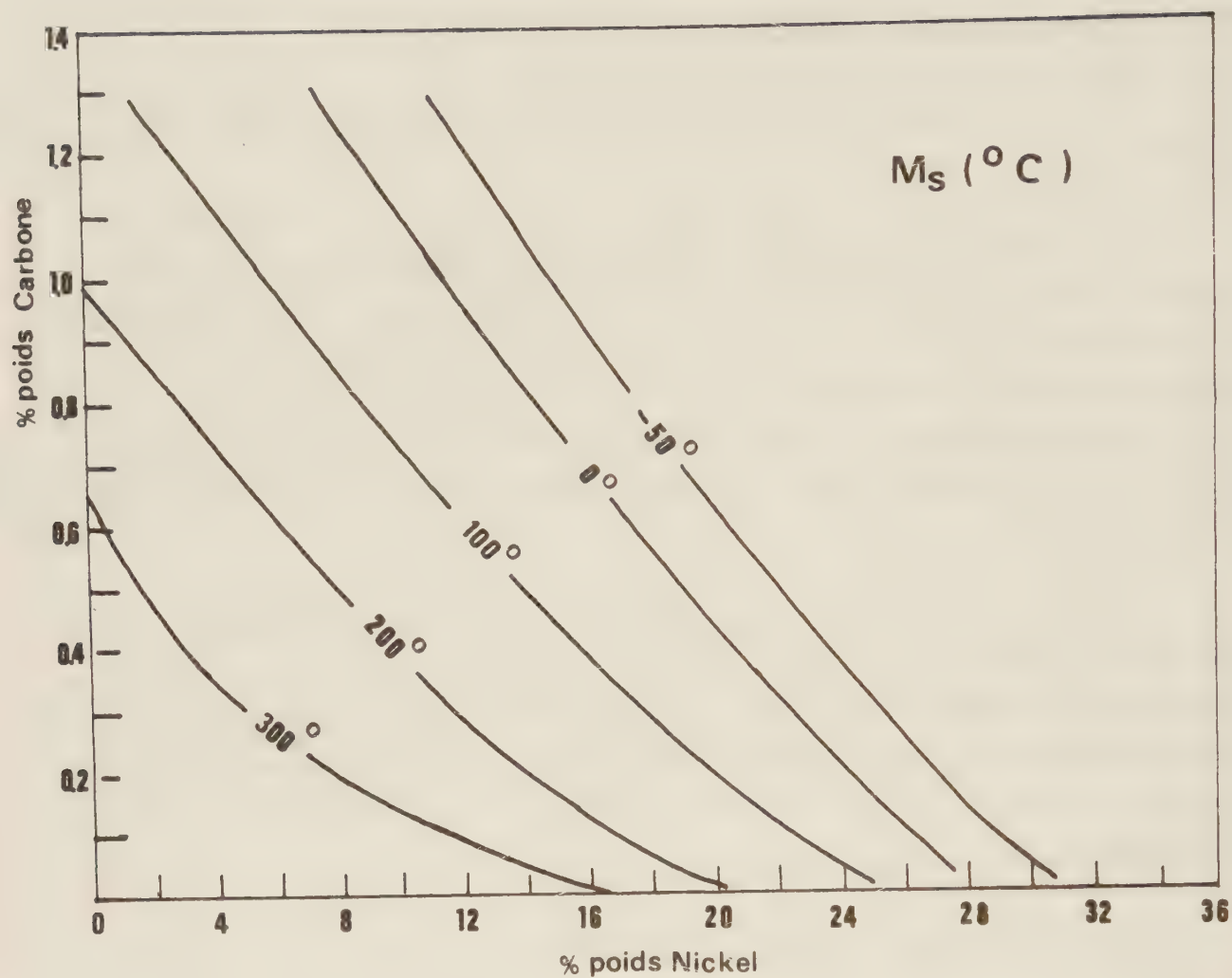


FIGURE I.1

Températures de début de la transformation martensitique M_s en fonction des teneurs en C et en Ni (d'après P.G. Winchell [1])

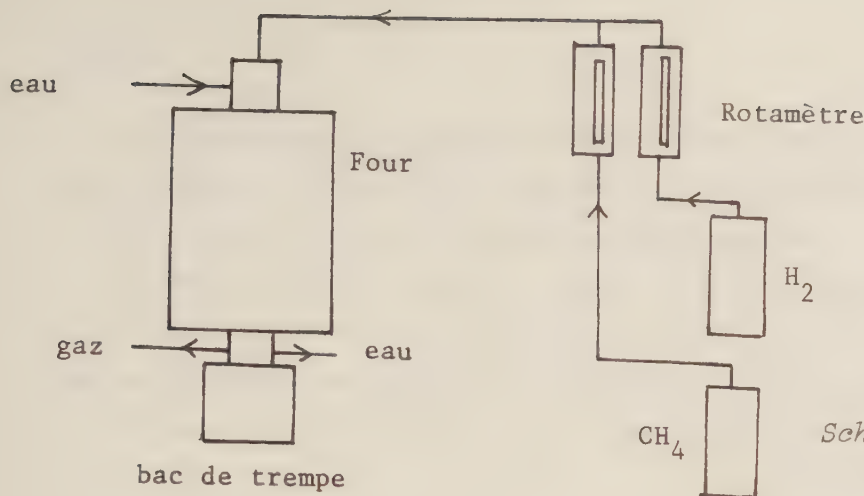
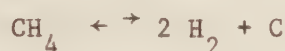


FIGURE I.2

Schéma de l'installation de carburation

trempe, de l'eau salée, qui permet une trempe rapide (3) est protégé par une couche de phtalate de butyle afin d'éviter toute dissolution des gaz dans l'eau car une telle dissolution diminuera la vitesse de trempe (4).

L'atmosphère carburant est obtenu par la réaction de pyrolyse du méthane



Les échantillons sont austénitisés dans cette atmosphère entre 1130 et 1140°C. La réaction de carburation

$$\text{CH}_4 \rightleftharpoons 2 \text{H}_2 + \text{C} \text{ dans le fer est contrôlée par le rapport}$$

$$r = \frac{p_{\text{CH}_4}}{p_{\text{H}_2}^2} = \frac{V_{\text{CH}_4} (V_{\text{CH}_4} + V_{\text{H}_2})}{V_{\text{H}_2}^2}$$

V_{CH_4} et V_{H_2} sont des débits volumiques à 20°C sous 1 atmosphère.

Les figures I.3 et I.3 bis montrent les variations de r et de la température d'austénitisation T en fonction de la teneur en carbone dans le fer de fusion de zone établies par Peyrade (5).

Les difficultés rencontrées sont dues, pour la plupart, à l'instabilité des débits de H_2 et de CH_4 ainsi qu'à l'instabilité du système de régulation de la température.

Les échantillons obtenus sous forme de feuilles d'épaisseur 50 μm sont parfaitement austénitiques comme le prouvent les clichés de diffraction par rayons X et l'absence de dégénérescence magnétique sur un spectre Mössbauer. Par contre, les échantillons filiformes ont une structure mixte α' et γ dont la composition, estimée par microscopie optique, est environ 30 % α' et 70 % γ (figure I.4). Ceci est vraisemblablement causé par les différentes conditions de trempe dues à la taille des échantillons et par des gradients de l'activité chimique du carbone.

I.2 - APPAREILLAGES

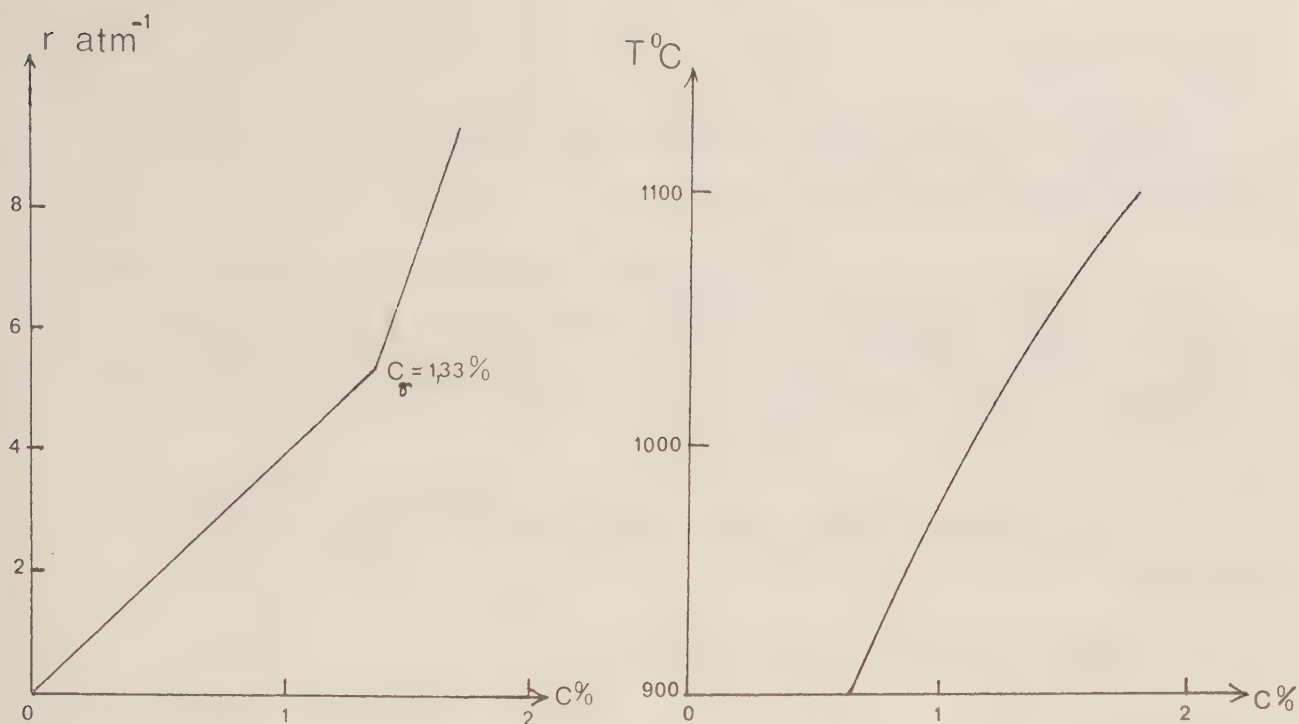
2.1 - Dispositif de mesure du frottement intérieur : pendule de torsion

Les mécanisme de dissipation d'énergie responsable du frottement intérieur dans les métaux et les alliages sont généralement classés en trois catégories : hystérésis, relaxation et résonance (6, 7, 8). Seuls les deux premiers mécanismes ont une forte probabilité d'être observés à la fréquence de sollicitation choisie. Ces mécanismes sont susceptibles de fournir des informations sur la diffusion des interstitiels les intéreactions défauts ponctuels-dislocation et les changements de phase. Le choix d'une fréquence basse permet d'étudier les phénomènes de précipitation ou les phénomènes de relaxation éventuels dans les solides métastables à des températures relativement basses.

Dans le cas d'un mécanisme de relaxation simple comme l'effet SNOEK (15) dans les alliages Fe-C et Fe-N ferritiques, la variation du frottement intérieur Q^{-1} avec $\frac{1}{T}$ (T étant la température absolue), suit une courbe de Debye mais lorsque les phénomènes sont plus complexes, le profil de la courbe est généralement inconnu. Aussi avons-nous cherché à augmenter le nombre de points expérimentaux par une automatisation du dispositif. Ceci doit nous permettre des dépouillements numériques à l'ordinateur.

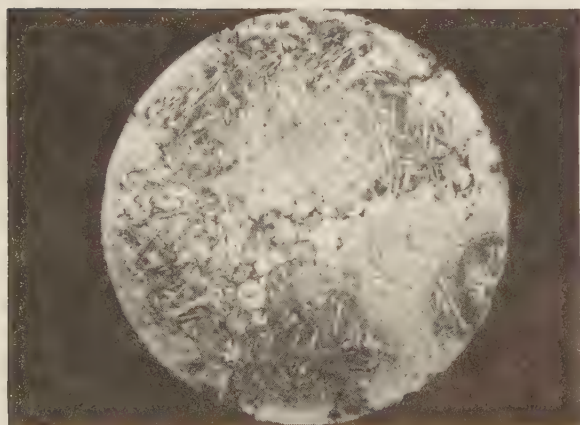
2.1.1 Principe de la mesure

La dissipation d'énergie par frottement intérieur se traduit par un amortissement des oscillations libres mesuré par le décrément logarithmique

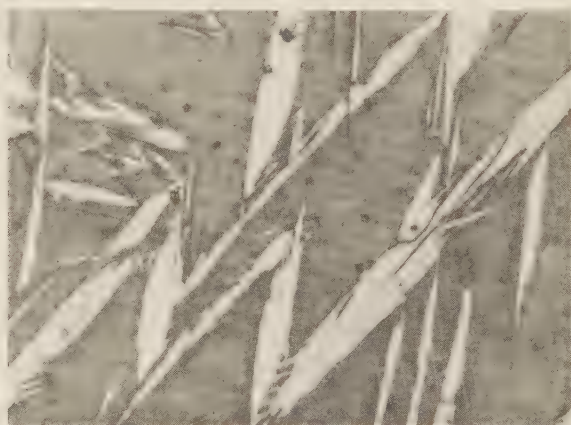


FIGURES 3 ET 3 BIS

Limite de solubilité du Carbone dans du fer de zone fondue (d'après (5)).



G X 40



G X 750

FIGURE I.4

*Echantillon FeC obtenu par carburation en phase gazeuse.
(Microscopie optique).*

$\delta = \frac{1}{n} \log \frac{A_0}{A_n}$ A_0 et A_n étant respectivement l'amplitude initiale et l'amplitude après n oscillations.

La grandeur Q^{-1} (par analogie avec le facteur de qualité des circuits électriques) est égale à $\frac{\delta}{\pi}$. Q^{-1} est aussi égal à $\frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W}$, W étant l'énergie élastique mise en jeu au cours de chaque cycle et ΔW la dissipation d'énergie au cours d'une période.

On peut mesurer ainsi le frottement intérieur par deux méthodes différentes :

- Méthode des oscillations libres

On excite le système à sa fréquence propre pour le laisser s'amortir de lui-même en enregistrant l'amplitude des oscillations en fonction du temps. Le frottement intérieur est déterminé alors par le décrétement logarithmique δ .

- Méthode des oscillations entretenues

On fournit au système à chaque oscillation une certaine quantité d'énergie pour que l'amplitude des oscillations reste constante.

Soit ΔW cette quantité et on mesure le frottement intérieur par $\frac{\Delta W}{W}$.

Le calcul du décrétement logarithmique δ donne en général des résultats plus précis mais il demande beaucoup de temps pour l'exploitation des enregistrements. Par contre, la méthode des oscillations entretenues est intéressante surtout lorsque le frottement intérieur dépend de l'amplitude d'oscillation. Un autre avantage de cette méthode est qu'elle se prête à une automatisation du processus de mesure. Elle permet de ce fait une vue d'ensemble de l'évolution du frottement intérieur en fonction d'une variable choisie comme la température. Dans notre étude nous avons utilisé ces deux méthodes parallèlement afin de compléter les résultats obtenus.

A côté de la variation du frottement intérieur avec la température, nous mesurons également la variation du module par l'intermédiaire de la période d'oscillation à amplitude constante.

L'installation comprend :

- le pendule de torsion du type inversé
- un ensemble de régulateur-programmateur électronique pour faire varier la température de l'échantillon linéairement avec le temps
- un dispositif électronique permettant le lancement et le maintien des oscillations à amplitude constante
- un dispositif permettant, à un coefficient de proportionnalité près, les enregistrements automatiques de Q^{-1} , de la période d'oscillation ainsi que de la position d'équilibre du centre des oscillations.
- des appareils de mesures analogiques et numériques du frottement intérieur, de la période et de la température de l'échantillon.

Le plan de la partie mécanique et du dispositif d'entretien ont été fournis par le Laboratoire de Monsieur le Professeur Gobin (INSA Lyon).

2.1.2 Le pendule de torsion

Pour éviter de soumettre l'échantillon à une contrainte de traction statique, le pendule est de type inversé (*figure I.5*). Le domaine de fréquence s'étend de 0,1 à 10 Hz suivant les échantillons et les volants d'inertie utilisés. L'ensemble peut fonctionner sous vide primaire ou sous atmosphère contrôlée. Le fil de suspension qui relie le volant d'inertie au contre-poids (*figures I.6, I.8*) par l'intermédiaire d'une poulie est choisi en kantal à cause de son faible amortissement et de faible diamètre (2.10^{-1} mm) de façon à n'exercer qu'un couple de rappel négligeable par rapport à celui de l'échantillon. Afin d'éliminer les vibrations parasites et de réduire le fond continu, nous avons installé le pendule au sous-sol du laboratoire sur un socle de béton avec un dispositif d'amortissement à trois rigidités différentes (*figure I.5*).

L'éprouvette se trouve fixée dans la partie inférieure du pendule (*figure I.8*) et à l'intérieur d'un four constitué par un tube de cuivre sur lequel est enroulée une résistance "Thermocoax" (*figure I.7*). La température de l'éprouvette peut varier de 77°K à 800°K. L'ensemble four-éprouvette est enfermé dans un tube d'acier inoxydable susceptible d'être plongé dans un vase Dewar.

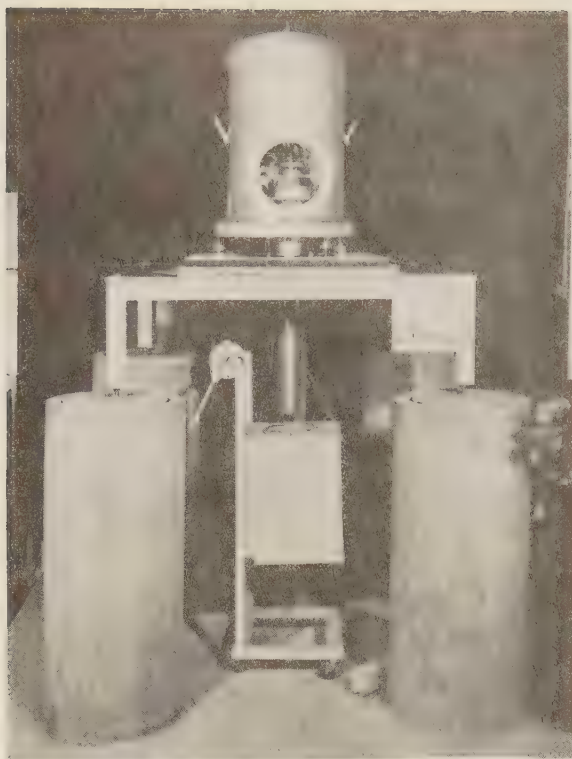


FIGURE I.5

Pendule de torsion

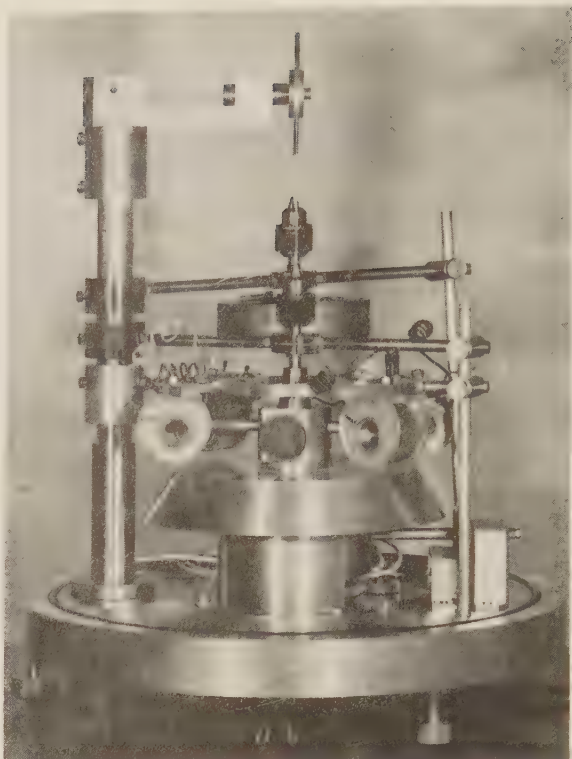


FIGURE I.6

Partie supérieure du pendule de torsion

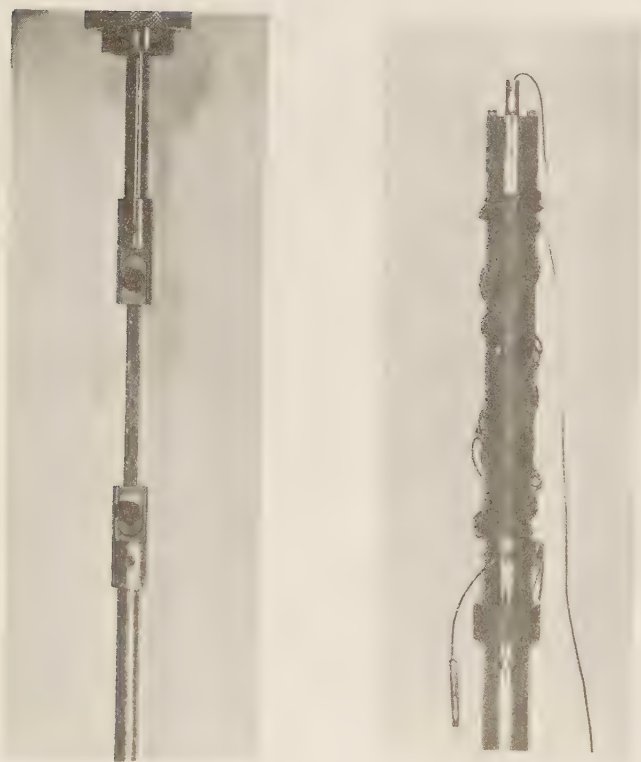


FIGURE I.7

Four et échantillon

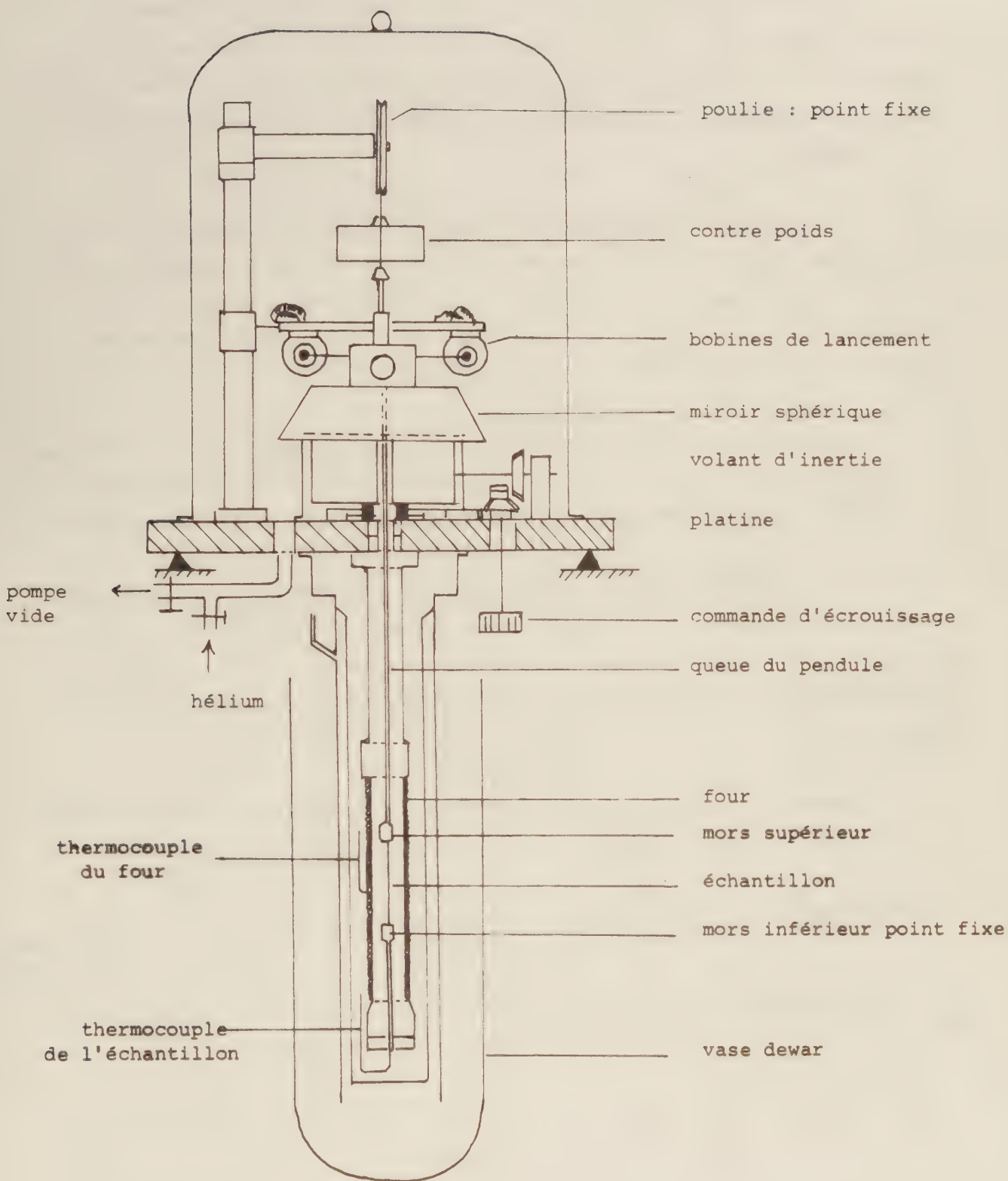


FIGURE I.8

Schéma du pendule de torsion

La température de l'éprouvette est mesurée par un thermocouple chromel-alumel placé au mors inférieur reliant l'éprouvette à un cylindre solidaire de la platine. Grâce à un ensemble régulateur-programmateur, nous pouvons faire varier la température de l'échantillon à la vitesse maximale de 350°C/heure.

Un système d'écrouissage est composé de deux sous-ensembles mobiles l'un par rapport à l'autre en rotation et reliés par l'échantillon. La commande se fait sous la platine par un passage mécanique sous vide. Les transmissions sont réalisées par un dispositif d'engrenages. L'usage du système d'écrouissage se définit comme suite :

- une position bloquée extérieure du mandrin pour les manipulations
- une position lache pour le réglage du zéro et du positionnement
- une position bloquée intérieure du mandrin pour les écrouissages.

L'ensemble mécanique peut être mis en mouvement par un système de lancement électromagnétique à amplitude et à couple variables. Ce système est constitué de quatre bobines montées deux à deux en séries. Ces bobines alimentées par un courant continu attirent les deux fers doux solidaires du volant.

Le mouvement du pendule est suivi grâce à un miroir sphérique fixé sur le volant et éclairé par une lanterne de projection ou par un laser.

2.1.3 Dispositif d'asservissement

Le pendule ainsi décrit est asservi par un dispositif électronique dont nous donnons ici le schéma fonctionnel (*figure I.9*).

Ce dispositif permet :

- a) le maintien de l'amplitude constante
- b) la détection de la position d'équilibre du système oscillant
- c) la mesure de la période d'oscillation
- d) la mesure du frottement intérieur

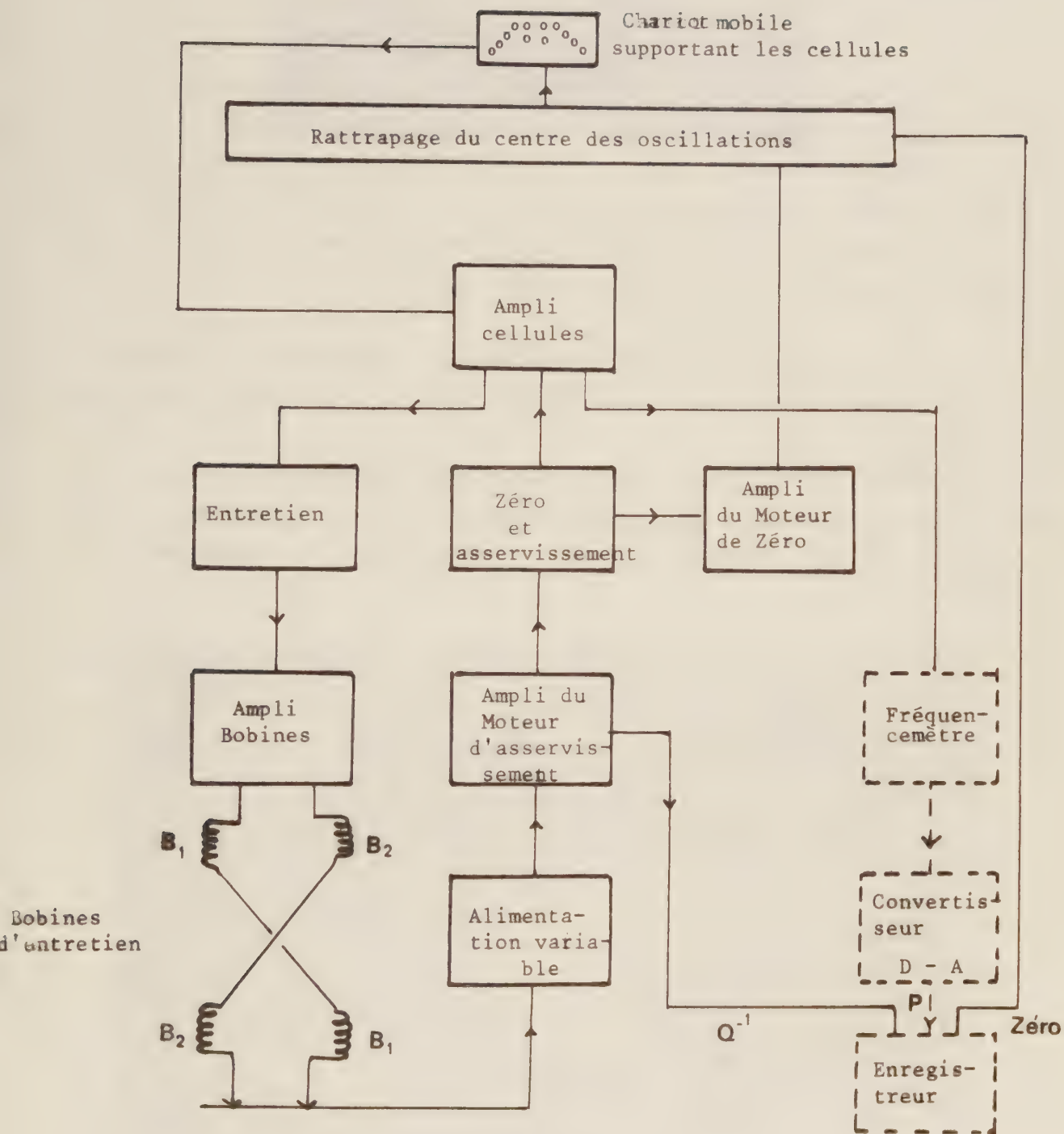


FIGURE I.9

Schéma fonctionnel du système d'asservissement

Il maintient le mouvement du pendule à amplitude constante en envoyant de brèves impulsions aux bobines de lancement au moment où le pendule se trouve à sa position d'équilibre.

Les impulsions sont déclenchées par des cellules photoélectriques portées par un chariot mobile et excitées par le spot lumineux venant du miroir du pendule (*figure I.10*). Par ces cellules photoélectriques on peut commander le déplacement du chariot par l'intermédiaire d'un moteur, ce qui permet le rattrapage du centre des oscillations au cours du mouvement du pendule à amplitude constante.

La mesure de la période d'oscillation s'effectue par un fréquencemètre déclenché par une des photodiodes placées à la position d'équilibre.

Enfin, grâce à un double potentiomètre, l'énergie électrique fournie aux bobines peut être enregistrée. Cette quantité d'énergie est, à un coefficient de proportionnalité près, le coefficient Q^{-1} du frottement intérieur.

Les variations du frottement intérieur, de la période, de la position d'équilibre et de la température au cours d'une manipulation sont enregistrées graphiquement grâce à un enregistreur Meci à 6 voies.

Une photo de l'ensemble électronique est donnée sur la *figure I.11*.

2.2 - Technique Mössbauer

Les principes et les applications de la spectrométrie Mössbauer sont exposés dans de nombreux ouvrages (9 à 12). Seules seront présentées ici les caractéristiques de l'installation du laboratoire et les conditions d'utilisation.

Le schéma de la *figure I.12* indique les différents constituants du spectromètre et leur dénomination.

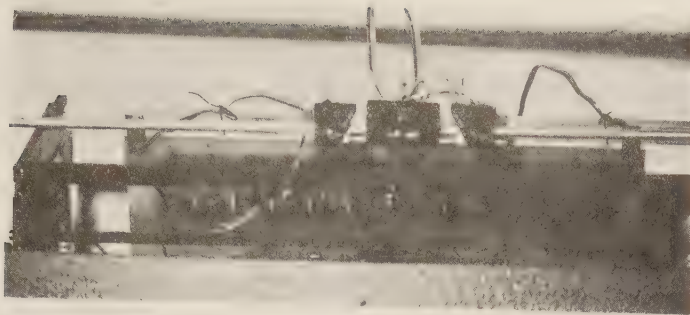


FIGURE I.10

Chariot portant les cellules

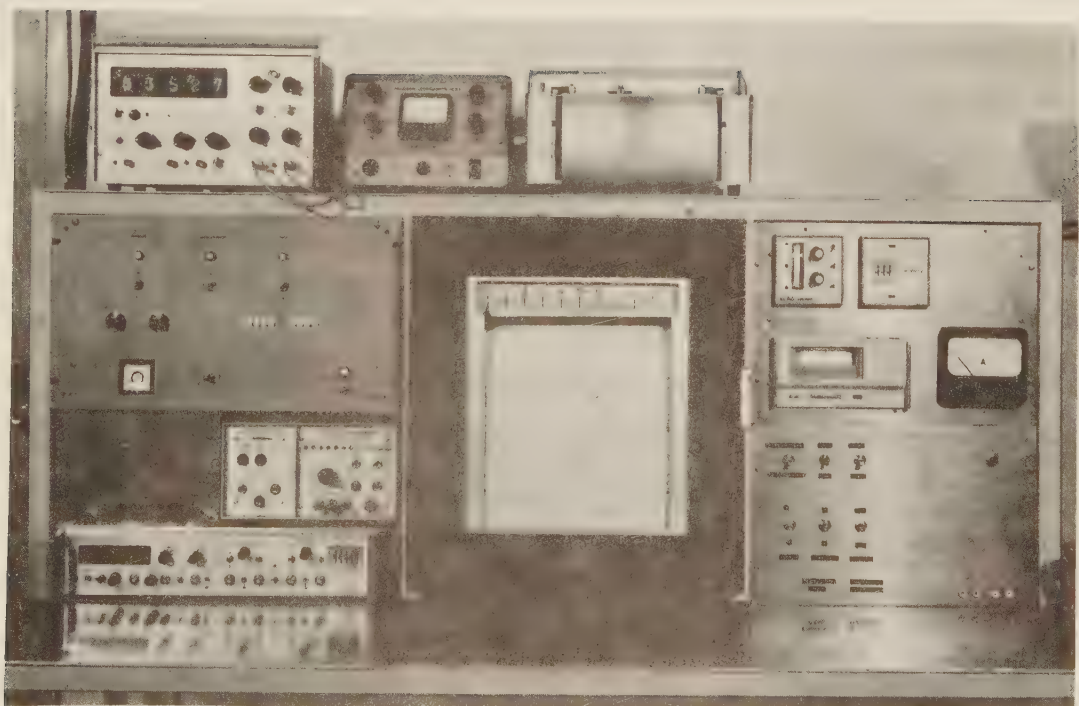


FIGURE I.11

Partie électronique

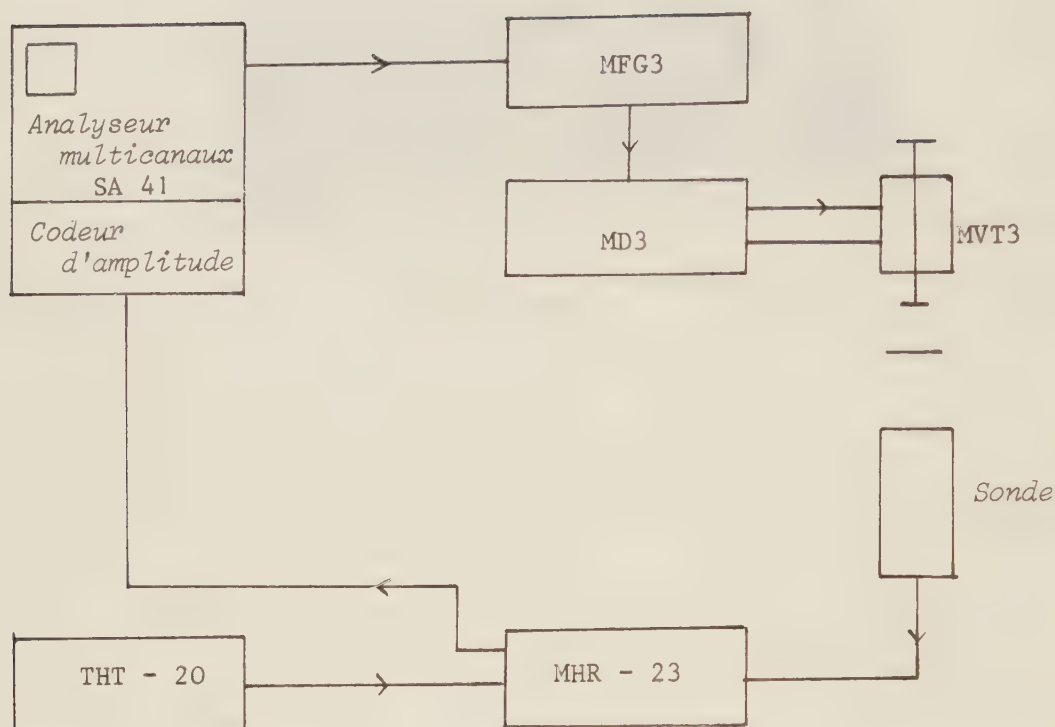


FIGURE I.12

*Schéma de l'installation de spectrométrie
Mössbauer*

Le principe de fonctionnement est le suivant (1).

En attachant à chaque incrément de vitesse un canal de stockage de l'analyseur, le générateur de fonction permet d'automatiser l'acquisition du spectre, c'est-à-dire de la fonction $N(v)$ (N : nombre de coups, v : vitesse de la source). Le générateur de fonctions Mössbauer, MFG3 (Els-cint), fournit à l'analyseur multicanaux, SA41 (Intertechnique) les signaux issus d'un oscillateur à quartz convertis en signaux analogiques. La fonction $v(t)$ imposée par le générateur MFG3 suivant les modes, vitesse ou accélération constantes, est amplifiée dans l'unité de commande du chariot MD3. Le

Le chariot MVT3, de type haut-parleur, est constitué d'une bobine motrice qui commande le déplacement d'un noyau mobile dont les extrémités sont susceptibles de recevoir des sources radioactives. Pour garantir la linéarité du déplacement à 0,5 % près, une bobine de contrôle permet d'asservir l'amplificateur de puissance (MD3). Les limites de course du noyau mobile sont repérées par des cellules photoélectriques.

Afin de réduire la durée des expériences, l'installation est équipée d'un dispositif de comptage rapide (500.000 Hz) MHR 23 et d'une sonde Harshaw à cristal d'iodure de sodium. Le dispositif de comptage comporte un amplificateur et un analyseur monocanal relié au codeur d'amplitude permettant de sélectionner les radiations voisines de 14,4 KeV correspondant à la transition Mössbauer.

La source (≤ 20 millicuries) est constituée de ^{57}Co dilué dans le rhodium.

Tous nos spectres sont effectués dans le mode accélération constante. La correction parabolique de fond continu est effectuée lors du dépouillement sur ordinateur. Le programme de dépouillement numérique dû à G. Le-caer (13) est fondé sur la méthode des moindres carrés contrôlée par un test en khi-deux. L'origine des vitesses correspond au centre du spectre du fer-métal utilisé également pour l'étalonnage des vitesses.

2.3 - Autres techniques

Au cours de notre étude, nous sommes également amené à utiliser d'autres techniques qui existent au laboratoire : dilatométrie différentielle, micrographies optiques et diffraction des rayons X.

a) Dilatométrie différentielle

Les dilatomètres utilisés sont :

- le dilatomètre différentiel de Chévenard à enregistrement photographique permettant l'obtention des courbes dilatométriques différentielles des alliages dans un domaine de température compris

entre l'ambiante et 800°C. La vitesse de montée de température est réglée à 300°C/heure. Les échantillons utilisés sont cylindriques, de diamètre 2 mm et de longueur 20 mm. L'étalon est en pyros.

- Le dilatomètre conçu et construit par B. Mignot (14) à four vertical. Par sa conception même, cet appareil permet d'effectuer le refroidissement sous argon ou sous vide. Nous avons utilisé ce dilatomètre pour mettre en évidence la transformation martensitique des alliages étudiés qui ont les points M_s en-dessous de l'ambiante.

Les éprouvettes sont de forme cylindrique, de 4 mm de diamètre et de 20 mm de longueur. Elles sont percées selon leur axe d'un trou de 3 mm de diamètre afin de pouvoir loger un thermocouple chromel-alumel.

On enregistre la variation de la température en fonction du temps ainsi que la dilatation différentielle en fonction de la température à l'aide d'un suiveur de spot Sefram et d'un appareil potentiométrique X-Y.

b) Microscopie optique

Toutes les structures ont été observées au microscope métallographique "Reichert". Les échantillons sont polis par abrasion mécanique sous eau puis par polissage sur feutres diamantés de 6 μm et de 3 μm . Les différentes structures sont mises en évidence par attaque chimique. Les réactifs employés sont les suivants :

- nital à 4 % (4 ml d'acide nitrique dans 96 ml d'alcool éthylique)
- réactif de Vilella : 1 g d'acide picrique et 5 ml d'acide chlorhydrique dans 100 ml d'alcool éthylique.

c) Diffraction des rayons X

Les études par diffraction des rayons X sont faites sur un goniomètre à compteur en utilisant la méthode de Bragg-Brentano. L'anti-cathode est en cobalt. Le rayonnement K_{α} est isolé grâce à un monochromateur à lame de quartz courbe.

Les échantillons sont polis par abrasion et subissent parfois un polissage électrolytique afin d'éliminer toutes les couches superficielles écrouies.

On obtient des diffractogrammes présentant des pics de diffraction caractéristiques des phases martensitiques et austénitiques.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I

- (1) P.G. WINDCHELL Thèse Massachussets (1958)
- (2) J. FOCT Thèse, Nancy (1973)
- (3) R. BIGOT et R. FAIVRE Rev. Métal LIII, 2, (1956) 131
- (4) R. BIGOT et R. FAIVRE C. R. ac. Sc. 244 (1957), 1639
- (5) J.P. PEYRADE Thèse, Toulouse (1971)
- (6) A.S. NOWICK et B.S. BERRY Anelastic relaxation in crystalline Solids
Academic Press (1972)

- (7) WARRE, P. MASSON Physic acoustics vol. III part A (1966)

- (8) Colloque sur les Effets ané- Journal de Physique (1971) tome 32, fasc. 7
lastiques dus aux défauts et
aux transformations des pha-
ses dans les solides
- (9) A. ABRAGAM L'effet Mössbauer et ses applications à
l'étude des champs internes (Gordon et
Breach) (1964)
- (10) P.A. FLINN Experimental methods of materials
Research H. Herman (Interscience) (1967)

- (11) C. JANOT L'effet Mössbauer et ses application à la
physique du solide et à la métallurgie
physique - Ed. Masson (1972)

- (12) L. MAY An introduction to Mössbauer spectroscopy
Hilger (1970)

- (13) G. LE CAER Thèse, Nancy (1974)
- (14) B. MIGNOT Thèse, Nancy (1972)

CHAPITRE II

PHENOMENES ANELASTIQUES LIES A LA PRESENCE DE CARBONE DANS UNE MATRICE AUSTENITIQUE .

L'étude des martensites, en particulier des martensites maclées par frottement intérieur doit être précédée par des mesures sur des échantillons purement austénitiques de façon à évaluer l'importance de la dissipation d'énergie à l'intérieur de l'austénite retenue.

Si la diffusion d'un interstitiel isolé dans une matrice cubique à faces centrées ne produit aucun frottement, il en va différemment lorsque la symétrie du site interstitiel est abaissée par le voisinage d'atomes en substitution, de lacunes ou d'autres interstitiels. Les paires (i-s), (i-v), (i-i) ainsi formées peuvent donner lieu à des relaxations anélastiques dont la présence a pu être vérifiée dans les alliages austénitiques (1 à 9).

Dans une première partie de ce chapitre nous étudions des austénites ternaires Fe-Ni-C et Fe-Mn-C. La présence d'atomes en substitution laisse alors espérer un mécanisme de relaxation (i-s) qui a déjà été évoqué (2,6).

La possibilité de relaxation de paires (i-i) ou (i-v) nous a conduit ensuite à étudier le comportement anélastique d'austénite binaire Fe-C.

Afin de déterminer les configurations d'interstitiels les plus probables, nous avons complété notre travail par une étude de l'austénite par spectrométrie Mössbauer.

II.1 - ETUDE EXPERIMENTALE PAR FROTTEMENT INTERIEUR DANS LES AUSTENITES FER-NICKEL-CARBONE ET FER-MANGANESE-CARBONE

La nature austénitique des échantillons est établie par microscopie optique et diffraction des rayons X. En outre, le caractère paramagnétique des échantillons offre souvent un moyen commode de rejeter les alliages dont la température M_s est supérieure à l'ambiante ou qui n'ont pas subi de traitement thermique approprié. Par dilatométrie différentielle nous avons vérifié qu'il n'y a pas de phénomène de précipitation entre la température ambiante et 300°C (pour les lois de montée en température adoptées). En effet, les courbes de dilatométrie différentielle réalisée sur ces alliages ne présentent pas de changement de pente lors du chauffage entre 20°C et 300°C et lors de la descente en température (*figure II.1*).

Sur les alliages choisis pour notre étude, nous avons effectué des mesures de la variation du frottement intérieur en fonction de la température. Les vitesses de montée ou de descente en température sont constantes et selon les cas les suivantes : 120°C/heure 150°C/h et 300°C/h. La fréquence d'oscillation du pendule est de l'ordre de 1 Hertz.

Nous présenterons les résultats obtenus en distinguant :

- l'influence de la teneur en carbone .
- l'influence de la température .
- l'influence de l'amplitude de déformation .
- l'influence de la fréquence d'oscillation.

sur les courbes de frottement intérieur.

Enfin, nous sommes amené à étudier les alliages Fe-Mn-C afin de déterminer le rôle joué dans le mécanisme de dissipation de l'énergie par la nature des éléments en substitution.

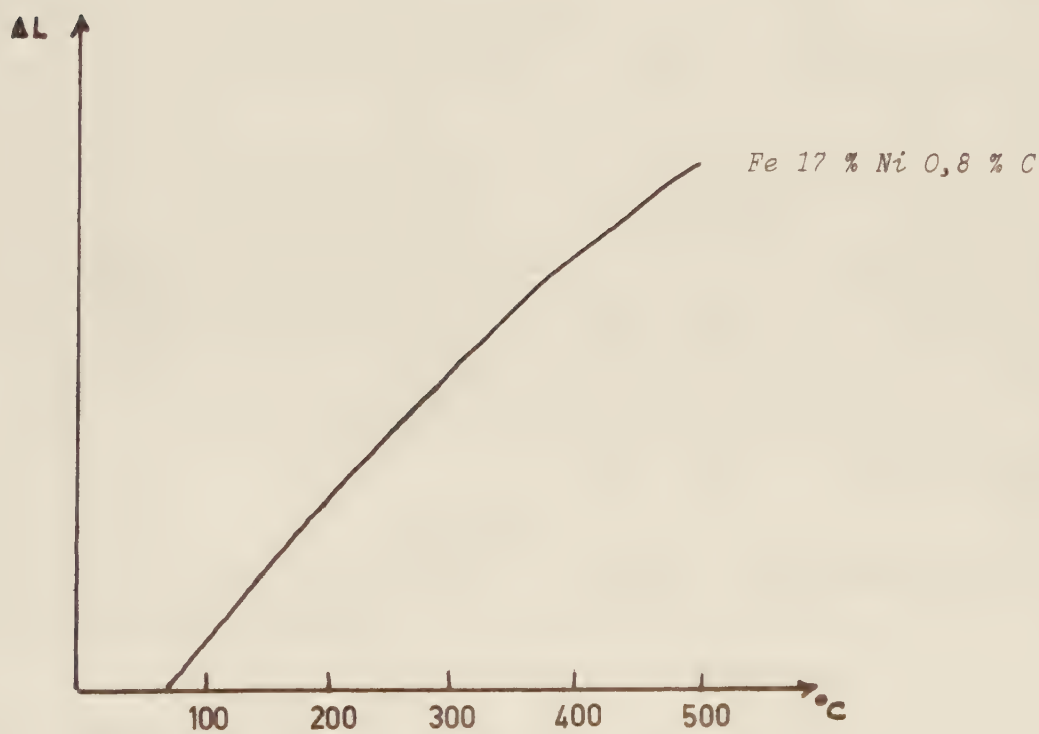
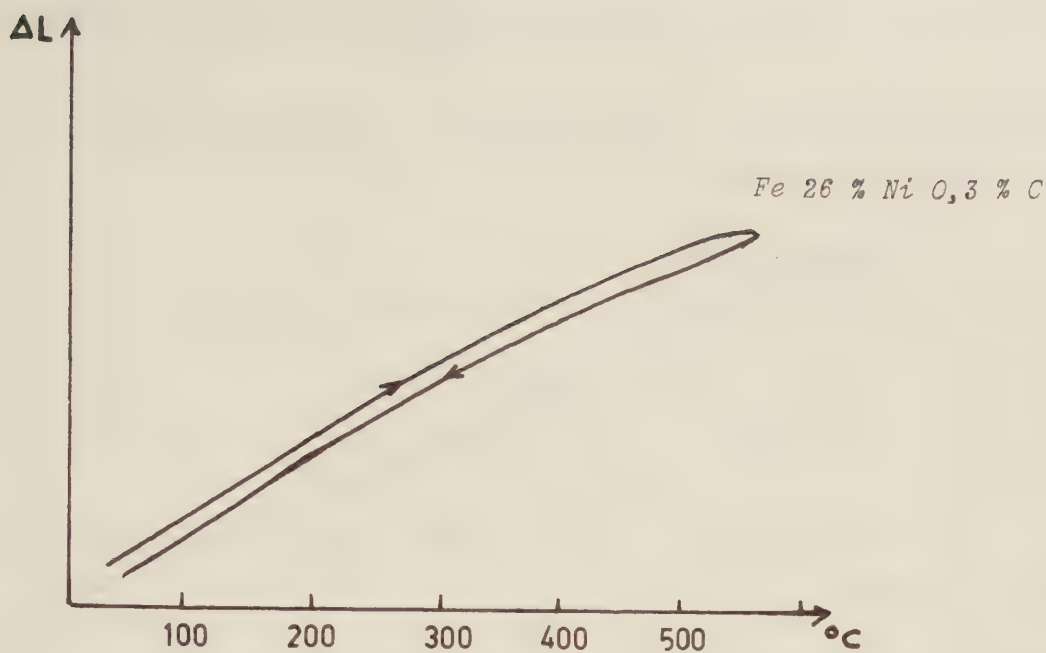


FIGURE II.1

Dilatométrie différentielle en température croissant à la vitesse de 300°C/h des austénites FeNiC.

II.1.1 - Mesures anélastiques dans les alliages fer-nickel-carbone

Nous avons retenu les résultats expérimentaux obtenus sur les quatre nuances d'alliages Fe-Ni-C :

A : Fe 17 % Ni 0,8 % C

B : Fe 20 % Ni 0,6 % C (composition estimée)

C : Fe 26 % Ni 0,3 % C

D : Fe 30 % Ni $\leq 0,04$ % C

Ces résultats permettent de dégager l'influence des différents paramètres suivants :

Influence de la teneur en carbone

La figure II.2 illustre les résultats obtenus sur les quatre échantillons de compositions différentes A, B, C et D.

Toutes ces courbes, sauf celle qui correspond à l'alliage dépourvu de carbone, présentent un maximum entre 210 et 240°C. Ces maxima sont accompagnés de points d'inflexion des courbes de variation de la période en fonction de la température. Dans le domaine de température étudiée, l'absence de carbone (moins de 0,04 % C) entraîne la disparition du pic (figure II.2 courbe D) ce qui exclut qu'un mécanisme de réorientation de paires d'atomes en substitution soit à l'origine du pic.

Sur ces courbes, nous avons constaté que :

- le pic est plus large que le pic prévu par la théorie de Debye à un seul temps de relaxation (10)
- la hauteur du pic diminue lorsque la teneur en carbone diminue
- le pic se déplace vers les températures élevées lorsque la teneur en carbone diminue.

Influence de la vitesse de montée en température

Les vitesses de montée en température n'affectent ni la hauteur ni la température du pic (figure II.3). Les pics observés au cours de plusieurs montées et descentes en température sont identiques. De même on observe que

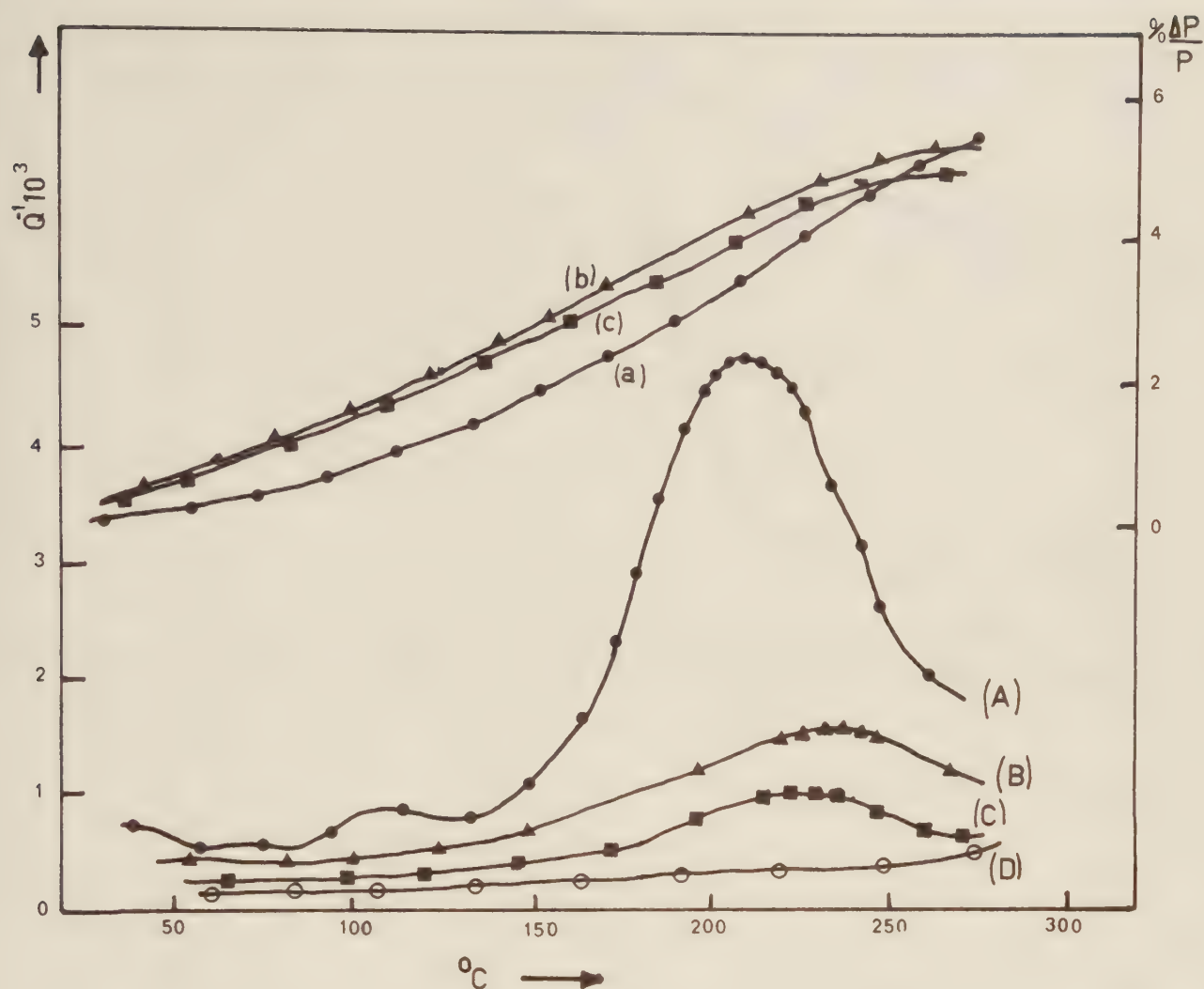


FIGURE II.2

Variation du frottement intérieur en fonction de la température des alliages austénitiques.

A : Fe 17 % Ni 0,8 % C

B : Fe 20 % Ni 0,6 % C

C : Fe 26 % Ni 0,3 % C

D : Fe 30 % Ni

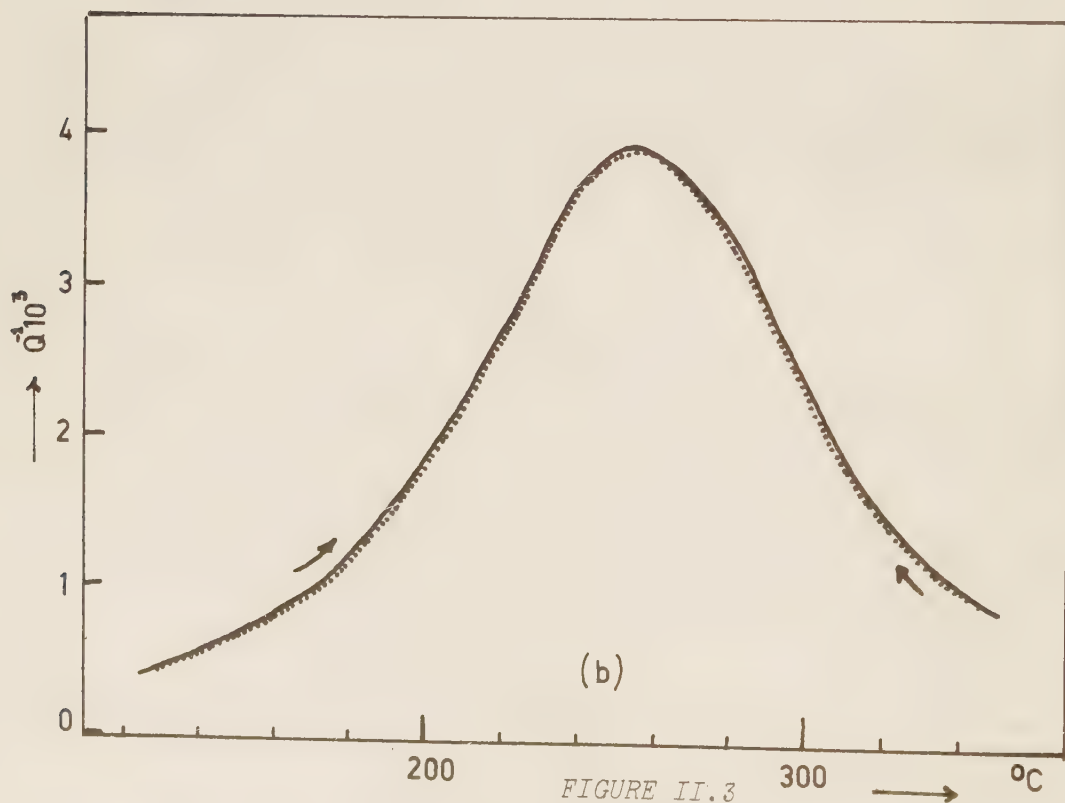
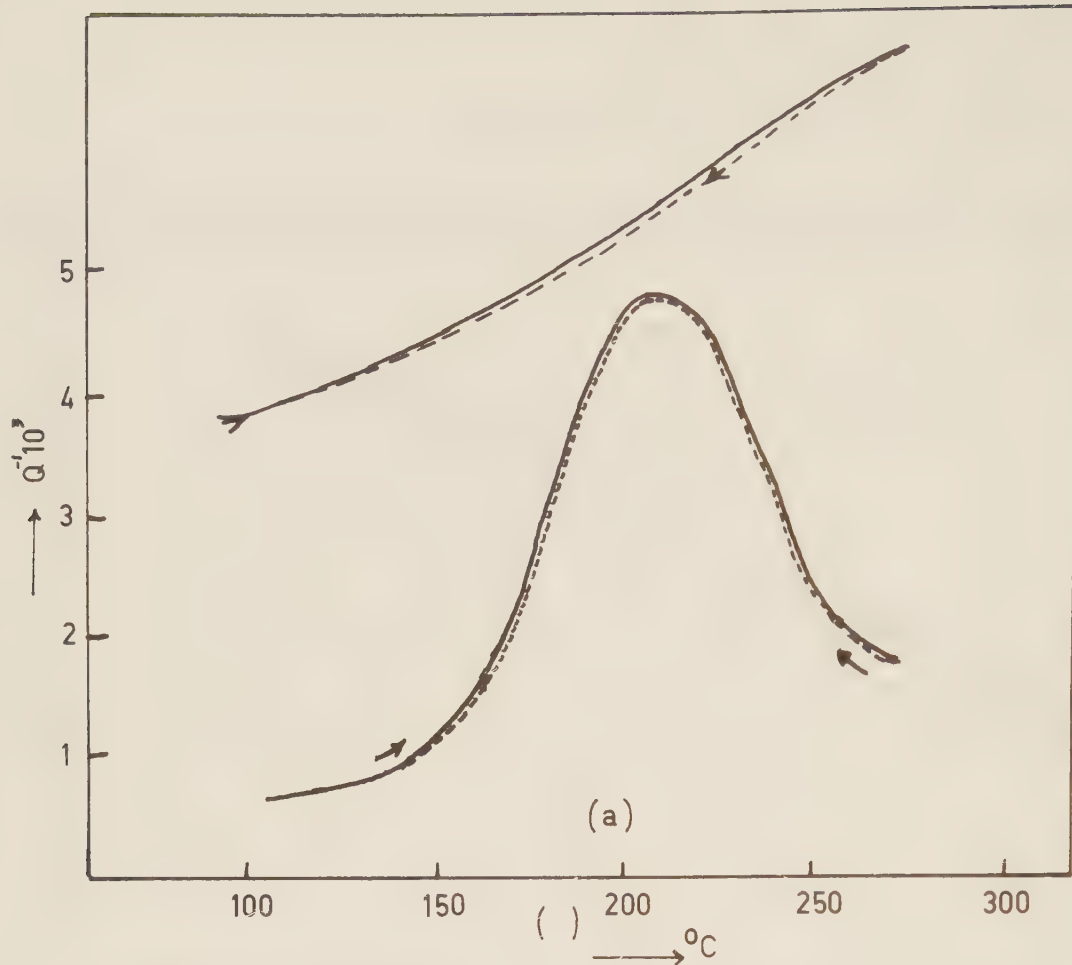


FIGURE II.3

Courbes $Q^{-1}(T)$ des alliages

(a) : Fe 17 % Ni 0,8 % C

(b) : Fe 13,5 % Mn 0,85 % C

dans les conditions suivantes :

— : vitesse de montée 150°C/h, $\varepsilon_m \approx 4 \cdot 10^{-4}$

- - - : " " 120°C/h, $\varepsilon_m \approx 2 \cdot 10^{-4}$

le pic relatif à un alliage ayant subi un recuit à 250°C pendant une heure est très stable.

Influence de l'amplitude des oscillations.

Notre installation ne permet pas un changement important de l'amplitude de déformation. Néanmoins, les mesures du frottement intérieur effectuées à deux amplitudes maximales $\varepsilon_1 \simeq 4.10^{-4}$ et $\varepsilon_2 \simeq 8.10^{-4}$ (figure II.3) sur l'alliage contenant 0,8 % C 17 % Ni semblent indiquer que la position du pic ainsi que sa hauteur sont indépendantes de l'amplitude de sollicitation.

Influence de la fréquence d'oscillation.

L'évolution du pic de l'austénite de composition Fe 0,8 % C 17 % Ni en fonction de la fréquence du pendule est illustrée par la figure II.4. La température du pic est une fonction croissante de la fréquence du pendule. Pour la fréquence 1,35 Hz, le pic se trouve à 215°C et il est à 204°C pour une fréquence de 0,65 Hz.

Le phénomène responsable de l'apparition du pic est donc activé thermiquement. L'énergie d'activation déduite du déplacement du pic avec la fréquence, en utilisant la loi d'arrhénius $\tau = \tau_0 \exp \left(\frac{\Delta H}{kT} \right)$ est de 35 kcal/mole aux erreurs expérimentales près. Cette valeur est très voisine de l'énergie d'activation relative à la diffusion du carbone dans l'austénite (11).

II.1.2 Frottement intérieur dans les alliages austénitiques Fe-Mn-C.

Afin d'étudier le rôle joué par les éléments en substitution nous avons remplacé le nickel par un autre élément gammagène, le manganèse.

Dans ce paragraphe, nous montrons que deux types de phénomènes sont détectés : l'un est analogue à celui qui est observé dans les alliages au nickel ; l'autre est une anomalie de période, liée au caractère antiferromagnétique des austénites chargées de manganèse. Pour alléger la présentation

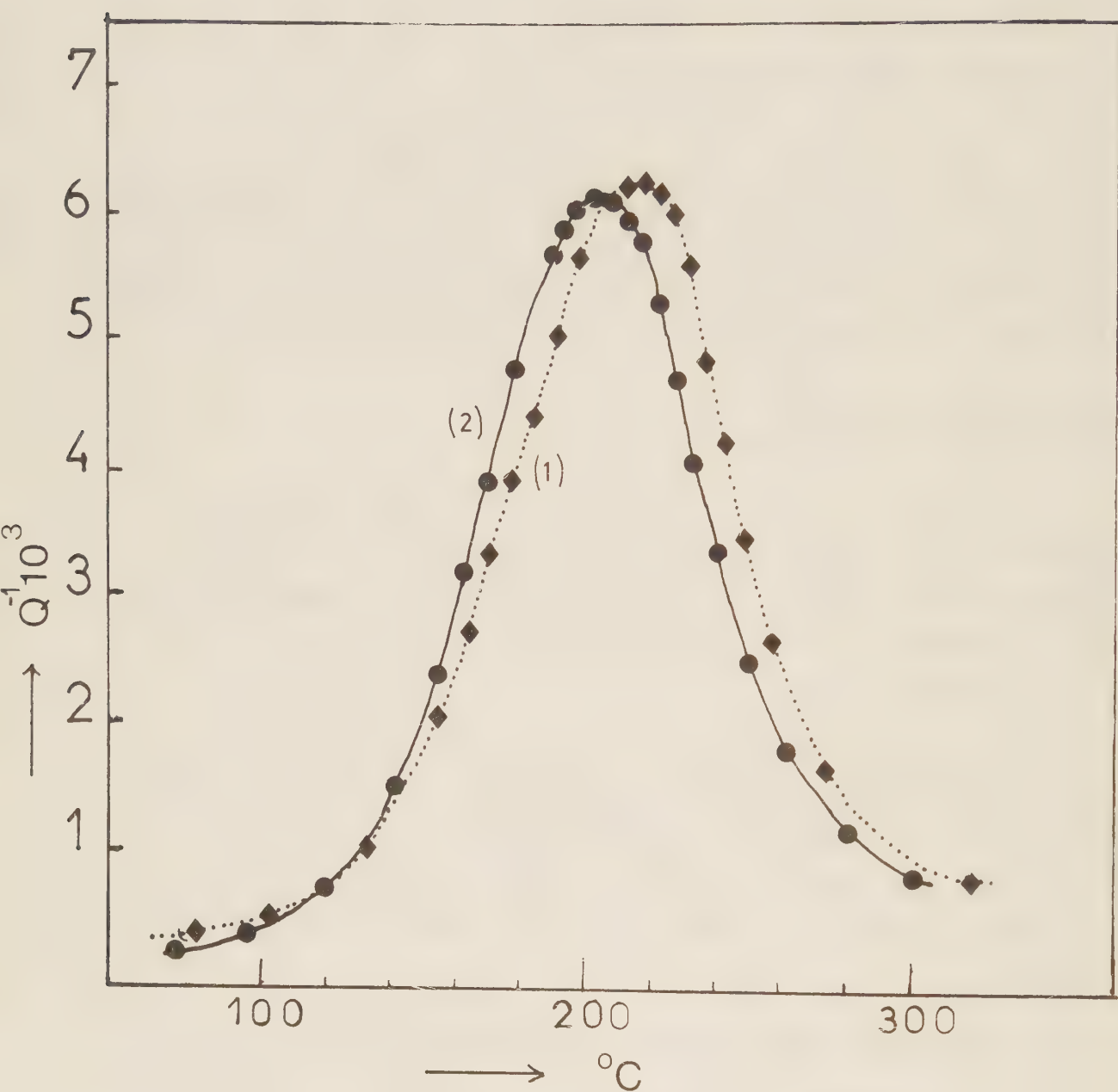


FIGURE T.4

Influence de la fréquence sur la courbe $Q^{-1}(T)$ - Austénite Fe 17 % Ni 0,8 % C

(1) $N \approx 1,35$ Hz

(2) $N \approx 0,65$ Hz

de ce mémoire, nous avons donné immédiatement, à la suite des résultats expérimentaux concernant l'anomalie de période, l'interprétation qui nous paraît la plus vraisemblable et les résultats de spectrométrie Mössbauer qui la confirment.

Deux alliages ont été étudiés :

1 - Fe 13,5 % Mn 0,85 % C

2 - Fe 12 % Mn 1,2 % C

Le second alliage est une nuance commerciale fournie par les Aciéries de Pompey.

Sur le frottement intérieur, nous avons obtenu des résultats analogues à ceux qui viennent d'être décrits pour les alliages Fe-Ni-C (*figures II.3 et II.5*)

- Un pic très stable a été observé à 255 - 260°C température supérieure de 20 à 30 degrés à la température des pics des austénites au nickel.
- La courbe de période en fonction de la température présente un point d'inflexion à la température du pic.
- Le pic est indépendant de l'amplitude de sollicitation.
- Le pic se déplace vers les températures élevées quand la fréquence d'oscillation augmente.
- Un traitement d'austénitisation prolongé à 1140°C sous vide diminue légèrement la hauteur du pic et le déplace vers les températures plus élevées.

La *figure II.5* montre la différence entre deux pics de frottement intérieur de deux éprouvettes initialement identiques (Fe 13,5 % Mn 0,85 % C) mais différentes par la durée de leur traitement : l'une est restée deux heures à 1140°C (a), l'autre 14 heures (b) à la même température. Le pic de frottement intérieur de (a) se trouve à 260°C et celui de l'éprouvette (b) à 265°C. Cette

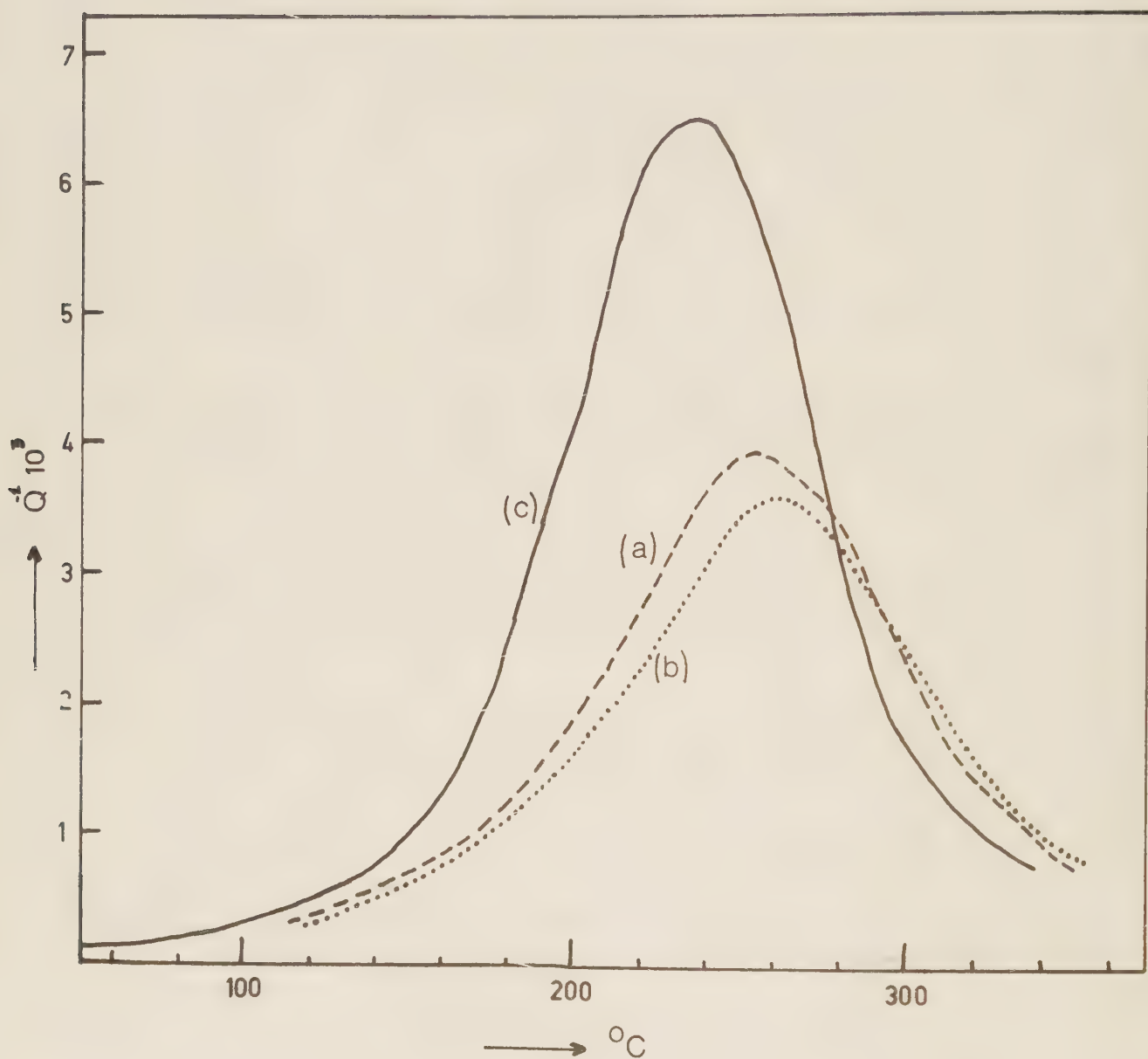


FIGURE II.5

Variations du frottement intérieur avec la température obtenues sur les austénites Fe-Mn-C

- (a) Fe 13,5 % Mn 0,85 % C traité 2 h à 1140°C
- (b) Fe 13,5 % Mn 0,85 % C traité 14 h à 1140°C
- (c) Fe 12 % Mn 1,2 % C

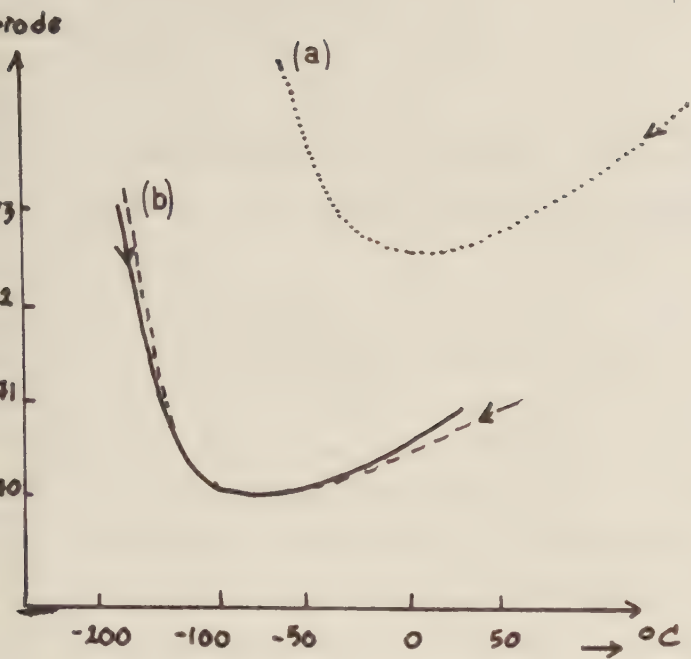


FIGURE II.6

variations de la période d'oscillation avec la température lors du refroidissement à la température de N_2 liquide

- austénite Fe 13,5 % Mn 0,85 % C
- austénite Fe 12 % Mn 1,2 % C

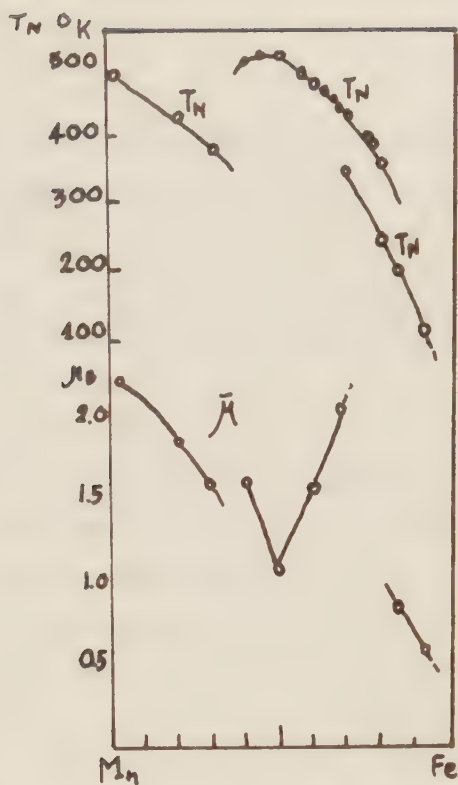


FIGURE II.8

Variation de la température de Néel avec la teneur en Mn d'après (20)

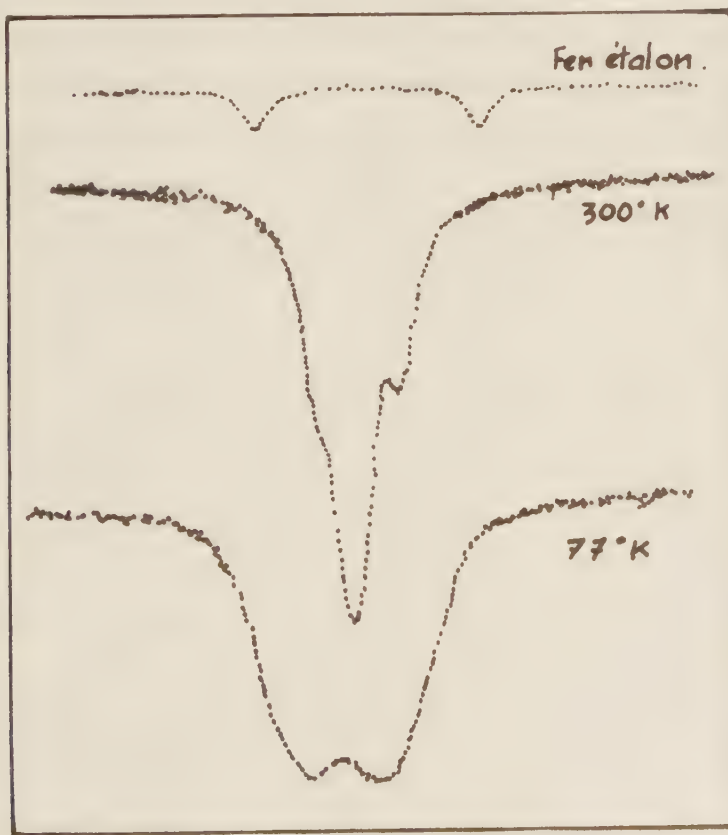


FIGURE II.9

Spectres Mössbauer de l'austénite Fe 35 % Mn 0,85 % C à l'ambiante ($300^\circ K$) et à la température d'azote liquide.

évolution est, comme nous le verrons, attribuée à une perte de carbone lors du traitement. Ceci indique également que la température et la hauteur du pic dépendent de la teneur en carbone.

Comportement des alliages fer-manganèse-carbone au voisinage de 77°K.

Les alliages austénitiques Fe-Mn-C étudiés ont une température M_s très basse. Les échantillons restent stables même après trempe à l'hydrogène liquide (44°K). Par contre, des anomalies de la variation de la période ont été observées au cours des montées et descentes de température entre la température ambiante et la température de l'azote liquide. La *figure II.6* montre les variations des périodes d'oscillation avec la température de deux alliages Fe 13,5 % Mn 0,85 % C et Fe 12 % Mn 1,2 % C. La courbe présente un minimum à une température qui semble liée à la composition de chaque alliage : - 50°C pour Fe 12 % Mn 1,2 % C et - 5°C pour Fe 13,5 % Mn 0,85 % C. La température du phénomène décroît donc lorsque la teneur en manganèse diminue.

De telles anomalies ont été déjà observées dans les alliages cuivre-manganèse (12, 13, 14) et dans les alliages Fe-Cr-Ni (15). Quant à la cause de cette anomalie, nous rejoignons l'interprétation avancée par d'autres auteurs (16 à 19) : l'anomalie est liée à la transition paramagnétique-antiferromagnétique dans l'austénite. Les spectres Mössbauer effectués par nous-même à la température ambiante et à la température de l'azote liquide (77°K) pour l'alliage Fe 13,5 % Mn 0,85 % C (*figure II.7*) confirment en effet l'existence d'une transition paramagnétique-antiferromagnétique entre ces deux températures. A l'ambiante, le spectre d'absorption correspond à la phase paramagnétique et comporte trois pics comme dans le cas des austénites Fe-C et Fe-Ni-C. A 77°K, le spectre a une structure de doublet élargi. Ce spectre est dû à la superposition de plusieurs ensembles de six pics correspondant à différents environnements magnétiques pour lesquels les champs internes sont très faibles environ 20 Koe. Il correspond à la phase antiferromagnétique. Ces résultats permettent de penser que la température de l'anomalie de période est étroitement liée à la température de Néel. La température de l'anomalie diminue quand la teneur en manganèse décroît, ce qui est en accord

avec les résultats d'Endoh et Ishikawa (20) sur la variation de la température de Néel en fonction de la teneur en manganèse (*figure II.8*).

En conclusion de nos expériences sur les alliages austénitiques Fe-N-C et Fe-Mn-C, les pics de frottement intérieur vers 220°C sont dus à un ou plusieurs mécanismes de dissipation d'énergie semblables.

La stabilité du pic au cours de plusieurs montées et descentes en température, l'insensibilité du frottement intérieur à l'amplitude de déformation et la variation de la période conduisent à considérer que le pic est dû à un phénomène de relaxation. La valeur de l'énergie d'activation très voisine de l'énergie d'activation relative à la diffusion du carbone dans l'austénite, indique que le phénomène observé est lié aux sauts des atomes de carbone.

Avant de discuter des résultats expérimentaux et de tenter d'approfondir les interprétations possibles des phénomènes observés, nous sommes amené à examiner si la spectrométrie Mössbauer peut apporter des informations sur les associations essentielles carbone-carbone, carbone-lacune, carbone-substitutionnel. Peu d'autres méthodes en effet sont susceptibles de fournir des informations sur la distribution des interstitiels dans un alliage.

II.2 - ETUDE DES ALLIAGES AUSTENITIQUES PAR SPECTROMETRIE

MOSSBAUER

Dans l'austénite fer-carbone, des mesures thermodynamiques nombreuses indiquent que cette solution solide est loin d'être régulière et les modèles statistiques qui rendent compte de ce comportement sont généralement fondés sur une distribution non aléatoire des atomes de carbone.

Dans l'austénite fer-azote, la spectrométrie Mössbauer a permis d'établir l'existence de doublets d'interstitiels $N-N \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ ou de chaînes $N-Fe-N \langle 100 \rangle$ responsable d'un pic de relaxation à 220°C pour une fréquence voisine d'un hertz (21). Nous examinons si des résultats comparables peuvent

être établis dans le cas de l'austénite fer-carbone.

II.2.1 - Etude par spectrométrie Mössbauer d'un alliage austénitique fer-carbone

Le spectre Mössbauer d'un échantillon austénitique de 30 μm d'épaisseur est présenté sur la figure II.9. La teneur en carbone déduite de la mesure du paramètre cristallin ($a_{\gamma} = 3,630 \text{ \AA}$), par diffraction des rayons X (22) est voisine de 8,07 atomes de carbone pour 100 atomes de fer, soit 1,7 % en poids de carbone.

Le spectre est formé de trois pics P_0 , P_1 et P'_1 . Le pic P_0 correspond aux atomes de fer éloignés de tout carbone pour lesquels la symétrie du site est parfaitement cubique (environnement 0). Aux sommets d'un octaèdre occupé par un atome de carbone (environnement I) le gradient de champ électrique dont l'axe coïncide avec la direction Fe-C conduit à un effet quadripolaire appréciable responsable de deux pics P_1 et P'_1 . Le dépouillement numérique effectué sur ordinateur par une méthode de moindres carrés (23) conduit aux valeurs suivantes :

Pic	P_1	P_0	P'_1
Vitesse (position) mm/s	- 0,325	- 0,048	0,325
Largeur (mm/s)	0,300	0,348	0,300
Amplitude (%)	0,100	0,152	0,100
Aire relative	26,75 %	46,5 %	26,75 %

Les paramètres hyperfins, déplacement isomérique δ et effet quadripolaire Δ déduits de ces valeurs sont les suivants :

$$\delta_0 = - 0,05 \text{ mm/s}$$
$$\Delta_0 = 0$$

$$\delta_1 = 0,00 \text{ mm/s}$$
$$\Delta_1 = 0,65 \text{ mm/s}$$

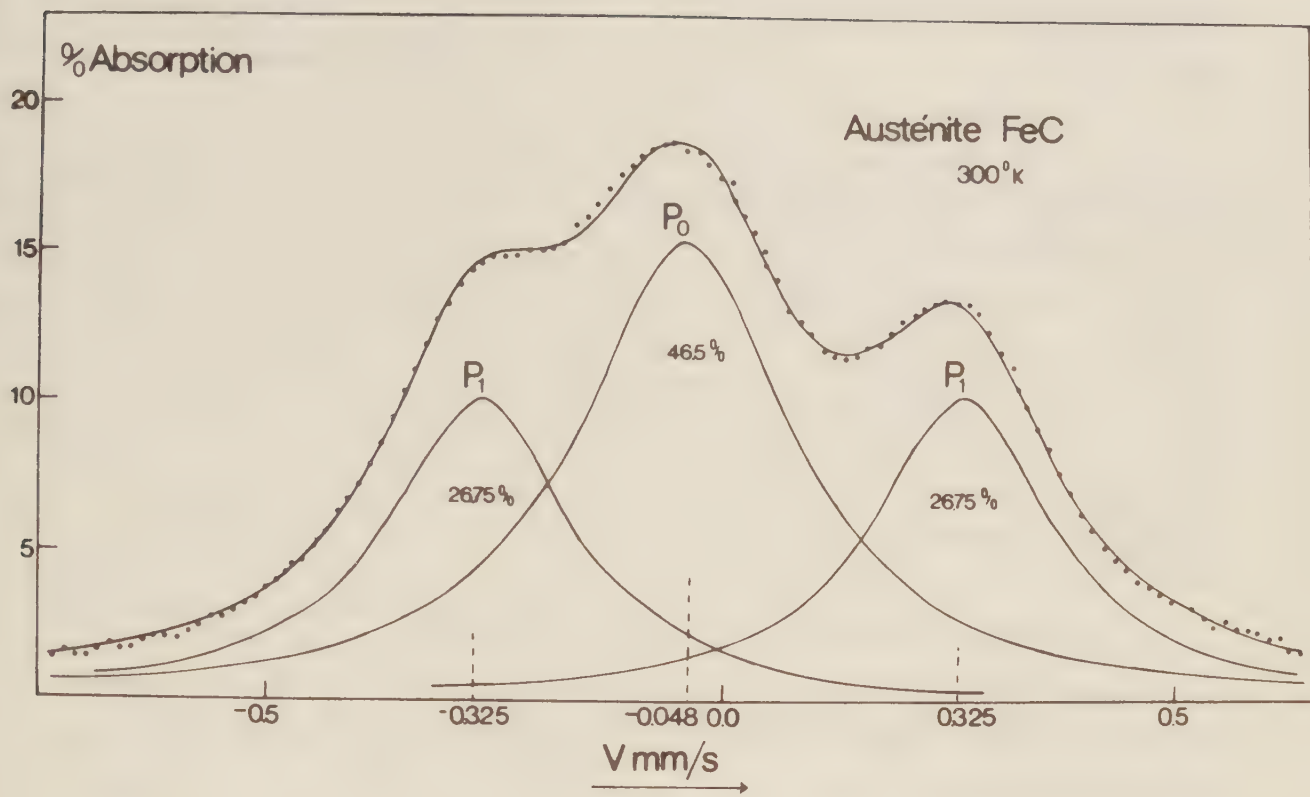


FIGURE II.9

Spectre Mössbauer effectué à l'ambiante de l'austénite fer-carbone. Source ^{57}Co dans Rh.

Ces valeurs sont comparables à celles qui ont déjà été publiées (24). La différence nettement positive $\delta_1 - \delta_0$ indique une densité d'électrons s au noyau plus faible pour l'environnement I que pour l'environnement zéro. La différence $\delta_1 - \delta_0$ mesurée pour des environnements isotopes des austénites à l'azote et au carbone est beaucoup plus importante en présence d'azote (0,24 mm/s) qu'en présence de carbone (0,05 mm/s). Par contre, l'importance de l'effet quadrupolaire Δ_1 est nettement plus grande en présence de carbone (0,05 mm/s) qu'en présence d'azote (0,25 mm/s). La remarque précédente a déjà été faite dans les phases hexagonales et les perovskites au carbone et à l'azote (21, 22). L'hybridation des électrons 3d du fer et des électrons s et p de l'interstitiel est plus forte en présence de carbone qu'en présence de l'azote (25).

Du point de vue de la distribution des interstitiels il est plus intéressant de constater qu'à côté des trois pics P_0 , P_1 , P'_1 aucun pic supplémentaire n'apparaît même lorsque les épaisseurs effectives sont considérablement plus grandes que les valeurs acceptables dans les conditions d'application du calcul de l'absorbeur mince. Cette absence de pic indique d'abord que la distribution des interstitiels n'est pas aléatoire. En effet, une loi binominale donne des densités d'environnement 0, I, II correspondant à 0, 1 et 2 interstitiels voisins :

$$P_0 = \left(1 - \frac{x}{100}\right)^6 \quad P_1 = \frac{6x}{100} \left(1 - \frac{x}{100}\right)^5 \quad P_2 = 15 \left(\frac{x}{100}\right)^2 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^4$$

x désigne le nombre d'atomes de carbone pour 100 atomes de fer.

Pour $x = 8,07$, nous avons :

$$P_0 \simeq 0,61 \quad P_1 \simeq 0,32 \quad P_2 \simeq 0,07$$

On constate effectivement que les pics relatifs à P_2 n'auraient aucune chance de passer inaperçus si la distribution des interstitiels était au hasard, car un effet est décelable lorsque la proportion des environnements concernés est de l'ordre du pourcent par rapport à la totalité des noyaux résonnant appartenant à l'échantillon.

L'absence de pics relatifs à l'environnement 2 indique que les interstitiels sont éloignés les uns des autres et que l'interaction carbone-carbone est répulsive (26). Dans ce cas, les densités d'environnement 0 et 1 varient linéairement avec x

$$d_0 = 100 - 6x \qquad d_1 = 6x$$

La mesure de d_0 et d_1 et les relations précédentes offrent un moyen tentant de doser la concentration en carbone dans l'austénite, cette technique a été pratiquée (26) mais l'analyse des résultats obtenus démontre que la valeur de x tirée des relations précédentes est alors considérablement surestimée. En effet, par suite des effets d'épaisseur (27), l'amplitude du pic P_0 se sature ce qui entraîne une évaluation de son importance relative trop faible.

Dans le cas de l'échantillon dont les spectres sont analysés ici, la valeur de x déduite des mesures de d_1 et d_0 est de 9 C pour 100 Fe considérablement plus forte que celle des mesures de paramètre du réseau.

II.2.2 - Etude par spectrométrie Mössbauer des austénites ternaires Fe-Ni-C et Fe-Mn-C

Il nous a semblé intéressant d'examiner l'effet des atomes en substitution sur le spectre Mössbauer d'échantillons austénitiques. Sur la figure II.10 sont présentés les spectres Mössbauer d'austénites Fe-Ni-C et Fe-Mn-C.

Les résultats du dépouillement numérique sont les suivants :

Fe 12 % Ni 1,2 % C

Pic	P_1	P_0	P'_1
Vitesse mm/s	- 0,318	- 0,042	0,340
Largeur	0,270	0,411	0,270
Amplitude	0,111	0,290	0,111
Aire relative (%)	17,75	64,5	17,75

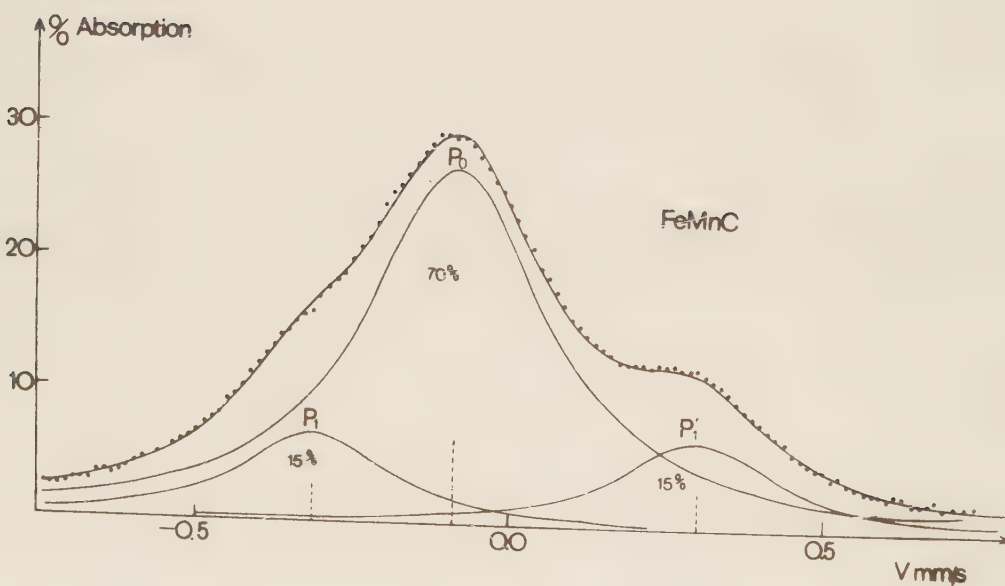
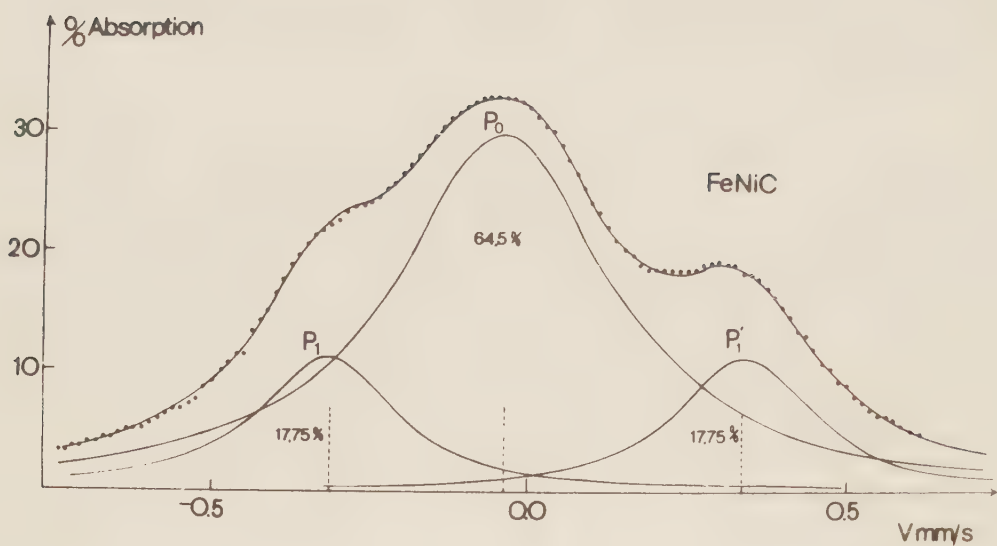


FIGURE II.10

Spectres Mössbauer effectués à l'ambiante des austénites Fe-Ni-C et Fe-Mn-C. Source ^{57}Co dans Rh.

Pic	P_1	P_0	P'_1
Vitesse mm/s	- 0,313	- 0,085	0,295
Largeur mm/s	0,295	0,344	0,295
Amplitude	0,065	0,261	0,0650
Aire relative (%)	15	70	15

Les déplacements isomériques et les effets quadrupolaires sont alors les suivants :

Alliage	δ_0	Δ_0	δ_1	Δ_1
Fe-Ni-C	- 0,04	X	0,01	0,66
Fe-Mn-C	- 0,08	X	- 0,02	0,61

On peut constater que la différence $\delta_1 - \delta_0$ ne dépend pratiquement ni de la présence ni de la nature des atomes en substitution et que les valeurs de Δ_1 sont très voisines. Ceci peut indiquer que l'effet du substitutionnel est un effet à plus longue distance que celui de l'interstitiel mais cette conclusion est aussi la conséquence du traitement numérique du spectre qui néglige les distributions de δ et Δ , conséquence d'environnement différents par les atomes métalliques.

Les effets d'épaisseur évoqués précédemment nous interdisent de conclure sur le sens de couplages Ni-C et Mn-C. Des dépouillements plus fins et des spectres obtenus par réflexion doivent nous permettre de mieux appréhender ce problème.

Un autre problème peut paraître intéressant à aborder par spectrométrie Mössbauer, c'est celui du durcissement des aciers Hadfield. Une récente étude (28) y a été consacrée et conclut à une mise en amas des atomes de carbone dans l'austénite Fe-Mn-C au cours de l'écrouissage. Sans être tout à fait en mesure de discuter du bien fondé de cette conclusion, nous sommes très prudent vis-à-vis des mesures précédentes où les effets d'épaisseur ne nous semblent pas avoir été maîtrisés. Pour tenter à répondre à cette question, nous avons cherché à étudier l'austénite Fe-Mn-C dans l'état antiferromagnétique. Pour l'instant, les spectres n'ont pas pu être effectués à des températures inférieures à 77°K (- 196°C) ce qui nous interdit de nous prononcer en faveur de telle ou telle hypothèse car le champ interne est trop faible pour que les différents pics soient discernés.

En conclusion, la spectrométrie Mössbauer permet de penser que des doublets d'atomes interstitiels sont peu probables dans l'austénite fer-carbone contrairement à l'austénite fer-azote. La preuve absolue de l'absence de doublet ne peut cependant être apportée. Nous verrons que la comparaison des mesures anélastiques dans les austénites au carbone et à l'azote va dans le sens des conclusions précédentes.

II.3 - DISCUSSION

II.3.1 - Relaxations anélastiques dues aux défauts ponctuels

Les défauts ponctuels peuvent être à l'origine de relaxations anélastiques par un processus de mise en ordre dans le champ des contraintes (stress-induced-ordering). Ce phénomène correspond à l'évolution de l'état d'ordre d'un ensemble de défauts sous l'action de contraintes extérieures. Pour que le réarrangement des défauts ponctuels qui donne lieu à la relaxation anélastique puisse se produire, il faut que la symétrie des défauts soit inférieure à celle du réseau. Ces défauts constituent alors des "dipôles élastiques" (29).

Dans le fer α par exemple, le carbone et l'azote occupent des sites octaédriques de symétrie tétragonale. Cet abaissement de symétrie autorise une mise en ordre des interstitiels sous l'action du champ de contrainte ce

qui entraîne une diminution de l'énergie libre du système. Le phénomène observé qui correspond à une migration des interstitiels des sites octaédriques défavorables vers les sites favorables du fer α constitue l'effet Snoek (30).

Dans l'austénite, par contre, un interstitiel isolé dans un site octaédrique dont la symétrie est cubique ne peut pas donner naissance à une relaxation sous l'action du champ de contrainte. Il en va différemment si la symétrie du site interstitiel est abaissée par le voisinage d'un ou de plusieurs autres défauts ponctuels : substitutionnels, lacunes ou autres interstitiels. Les dipôles élastiques ainsi formés sont baptisés paires (i-s), (i-v) et (i-i).

II.3.2 - Nature du phénomène observé

L'ensemble des résultats obtenus sur les phénomènes anélastiques dans les austénites Fe-C, Fe-Ni-C et Fe-Mn-C nous permet de caractériser le pic observé vers 220°C par les propriétés suivantes :

- 1 - Le phénomène est activé thermiquement : les pics se déplacent avec la fréquence d'oscillation. C'est un phénomène de relaxation.
- 2 - La présence du carbone est indispensable à son apparition.
- 3 - La largeur du pic est plus importante que celle du pic de Debye correspondant à un temps de relaxation. Par conséquent, il peut soit y avoir plusieurs mécanismes qui sont responsables du phénomène, soit une distribution des temps de relaxation.
- 4 - La hauteur du pic dépend de la teneur en carbone.
- 5 - La température du pic est une fonction décroissante de la teneur en carbone.

Puisque le carbone est considéré comme responsable du phénomène de relaxation observé, le temps de relaxation associé à ce phénomène doit dépendre de la fréquence des sauts de carbone, et par conséquent, de son coefficient de diffusion dans les austénites. Si l'on admet que le défaut anélastique produit par le carbone est de symétrie tétragonale, on peut établir la

formule simple (31) :

$$D = \frac{a^2}{6\tau_R}$$

où a désigne le paramètre du réseau C.F.C. et τ_R le temps de relaxation.

Nous allons calculer le coefficient de diffusion D relatif au carbone, à partir des données expérimentales.

Pour l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C, le maximum du frottement intérieur est obtenu vers 210°C, pour une fréquence $\sim 1,25$ Hz. Or, ce maximum se présente pour $\omega\tau_R = 1 = 2\pi N \tau_R$ ω est la fréquence angulaire du mouvement

D'où
$$\tau_R = \frac{1}{2\pi N}$$

Par suite :

$$D_C^Y = \frac{a^2}{6\tau_R} = \frac{2\pi a^2 N}{6}$$

Par diffraction des rayons X, on obtient $a = 3,630 \text{ \AA}$

Ce qui donne :

$$D_C^Y = \frac{(3,6)^2 \cdot 10^{-16} \times \pi \times 1,25}{6} = 1,09 \cdot 10^{-15}$$

Cette valeur quoique légèrement supérieure à celle que donne l'extrapolation des résultats de Wells (32) à hautes températures dans un alliage contenant à peu près la même teneur en carbone, prouve le rôle principal de carbone dans le mécanisme de relaxation.

Les sources d'imprécision proviennent de :

- la présence de nickel qui augmente le coefficient de diffusion D .
- l'existence éventuelle d'une distribution de temps de relaxation ou de plusieurs mécanismes concurrents.
- la précision dans la détermination du paramètre du réseau par diffraction des rayons X.

Les caractéristiques du pic de frottement intérieur observé vers 220°C ainsi déterminés sont en accord avec les résultats obtenus par d'autres auteurs (1 à 3). La nature "relaxation" du pic ainsi que le rôle du carbone sont communément admis mais les interprétations divergent dans la description du défaut qui est à l'origine de cette relaxation : paires (i-s), (i-v) ou (i-i) ? Nous allons examiner quelle peut être l'importance de ces divers phénomènes.

Relaxation des paires (i-s)

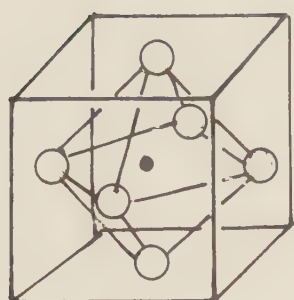
La destruction de la symétrie cubique de l'environnement de l'interstitiel par des substitutionnels est un argument qui a déjà été développé pour interpréter la relaxation observée dans les austénites au carbone contenant des éléments en substitution (2, 7).

Avant d'examiner en détail les modèles proposés, il nous semble judicieux de remarquer que les alliages étudiés sont caractérisés par des concentrations en éléments substitutionnels importantes : 10, 20, 30, 40 et même 50 pour cents. Cette remarque exige donc que soient examinés les différents environnements possibles pour un atome de carbone. Limitons la discussion aux premiers voisins métalliques de l'atome en insertion. Compte-tenu de la température élevée de mise en solution, on peut négliger les phénomènes d'ordre sur le sous-réseau métallique et considérer que les sites sont occupés de façon aléatoire par le fer ou le substitutionnel.

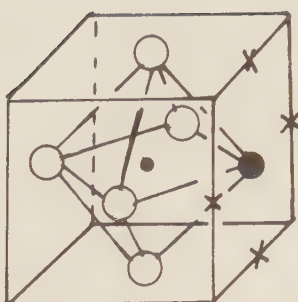
Sept environnements $E_6, E_5, E_4, E_3, E_2, E_1, E_0$ peuvent être observés caractérisés par l'occupation de 6, 5, 4, 3, 2, 1 ou 0 sommets de l'octaèdre par les atomes de fer (*figure II.11*). En fait, les environnements E_4, E_3 et E_2 n'ont pas tous la même symétrie et on peut distinguer les environnements $E'_4, E''_4, E'_3, E''_3, E'_2, E''_2$.

Pour déterminer les environnements susceptibles d'entraîner une relaxation anélastique, nous utilisons trois critères : symétrie, abondance, équivalence de niveau d'énergie entre le site de départ et le site d'arrivée.

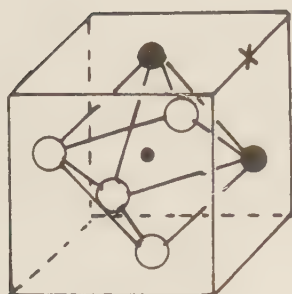
○ atome Fe
 ● atome Ni
 • atome C



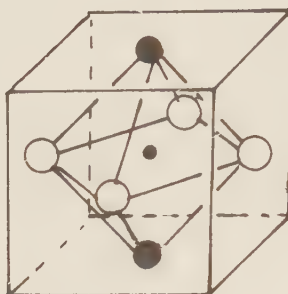
E_6



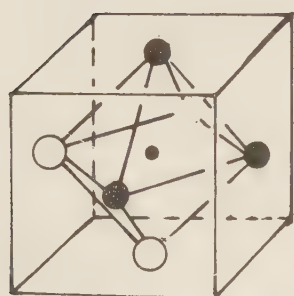
E_5



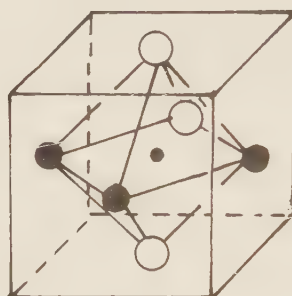
E'_4



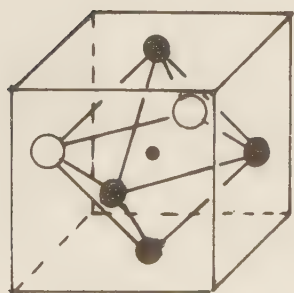
E''_4



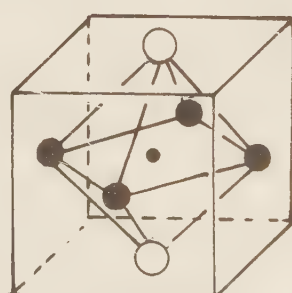
E'_3



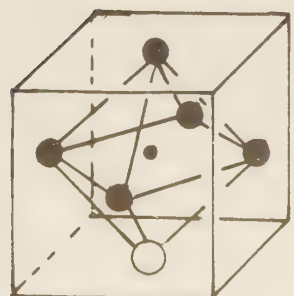
E''_3



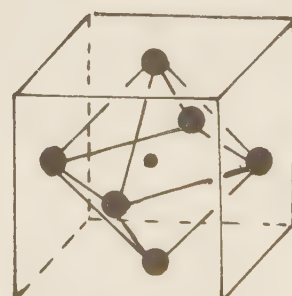
E'_2



E''_2



E_1



E_0

FIGURE II.11

*Différents environnements
 de l'atome de carbone dans
 une austénite Fe-S-C*

Le critère de symétrie n'autorise que l'élimination des environnements E_6 et E_0 .

Quelles sont les densités relatives des différents environnements ? Les quantités sont fournies par des lois binomiales : si x est la concentration atomique des éléments en substitution, les densités relatives d'environnements $E_6, E_5, E_4, \dots, E_0$ sont $P_6, P_5 \dots, P_0$ données par les formules suivantes :

$$\text{Alliage } \text{Fe}_{100-x}\text{S}_x\text{C}_y$$

$$\begin{aligned} P_6 &= C_6^0 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^6 &= \left(1 - \frac{x}{100}\right)^6 \\ P_5 &= C_6^1 \left(\frac{x}{100}\right) \left(1 - \frac{x}{100}\right)^5 &= 6 \frac{x}{100} \left(1 - \frac{x}{100}\right)^5 \\ P_4 &= C_6^2 \left(\frac{x}{100}\right)^2 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^4 &= 15 \left(\frac{x}{100}\right)^2 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^4 \\ P_3 &= C_6^3 \left(\frac{x}{100}\right)^3 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^3 &= 20 \left(\frac{x}{100}\right)^3 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^3 \\ P_2 &= C_6^4 \left(\frac{x}{100}\right)^4 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^2 &= 15 \left(\frac{x}{100}\right)^4 \left(1 - \frac{x}{100}\right)^2 \\ P_1 &= C_6^5 \left(\frac{x}{100}\right)^5 \left(1 - \frac{x}{100}\right) &= 6 \left(\frac{x}{100}\right)^5 \left(1 - \frac{x}{100}\right) \\ P_0 &= C_6^6 \left(\frac{x}{100}\right)^6 &= \left(\frac{x}{100}\right)^6 \end{aligned}$$

Pour cinq valeurs typiques de x , nous avons le tableau suivant :

x at. % Ni		05	10	15	20	25
Pi						
P ₆		0,735	0,531	0,377	0,262	0,178
P ₅		0,232	0,354	0,399	0,393	0,356
P ₄		0,031	0,098	0,176	0,246	0,297
P ₃		0,002	0,015	0,041	0,082	0,132
P ₂		0	0,001	0,006	0,015	0,033
P ₁		2.10 ⁻⁶	5.10 ⁻⁵	4.10 ⁻⁴	0,002	0,004
P ₀		10 ⁻⁸	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	6.10 ⁻⁵	2.10 ⁻⁴

Les considérations statistiques précédentes montrent que les environnements de type E_6 , E_5 , E_4 , E_3 ont pour les alliages utilisés ($x = 25 ; 19,3 ; 16,5 ; 29$) des probabilités d'apparition importantes. Il est intéressant d'examiner si le saut de l'interstitiel conserve la nature initiale de l'environnement. Nous avons représenté par des croix *figure II.11*) les positions octaédriques d'arrivée qui conservent le type d'environnement initial. Lorsque les configurations E_5 , E_4 , E_3 sont isolées, on remarque que seules les configurations E_5 et E'_4 peuvent satisfaire au critère précédent. Pour les autres configurations, il faut que les environnements 2ème, 3ème voisins présentent des configurations particulières ce qui diminue d'autant la probabilité pour que ces conditions soient réalisées. Dans les autres cas, l'interstitiel saute d'une configuration E_i à une configuration E_j ($i \neq j$). On peut s'attendre à ce que les potentiels relatifs aux environnements i et j soient différentes et que les volumes d'activation soient trop faibles pour que les sauts soient réversibles ce qui permet de penser que seules les configurations E_5 et E'_4 peuvent être à l'origine de relaxation par un mécanisme (i-s).

Dans le cas où les configurations E_5 et E'_4 sont à l'origine des phénomènes de relaxation, on peut s'attendre à un pic caractérisé par deux familles de temps de relaxation. En effet, les symétries de deux défauts sont différentes et les hauteurs des cols d'énergie relatifs à E_5 et E'_4 sont différentes. En outre, la dispersion dans les environnements de second voisin entraîne l'existence de distributions de temps de relaxation. Pour un alliage $\text{Fe}_{100-x}\text{S}_x\text{C}_y$ ($S = \text{Ni}$ ou Mn), le pic a, en première approximation, deux composantes d'intensité de relaxation : αP_5 et $\beta y \frac{12}{15} P_4$. α et β sont des coefficients qui traduisent l'écart à la sphéricité du champ de déformation des défauts E_5 et E'_4 . Dans ce calcul nous avons négligé les interactions substitutionnel-carbone dont nous cherchons à préciser le sens par spectroscopie Mössbauer. Pour les valeurs faibles de x ($x < 2$) le terme le plus important est certainement $yC_6^1 x(1-x)^5$.

Cette variation de l'intensité n'est pas observée expérimentalement. En outre, la température de mise en solution a une influence sur la forme et l'intensité du pic (8) ce que ne laisse prévoir le modèle précédent.

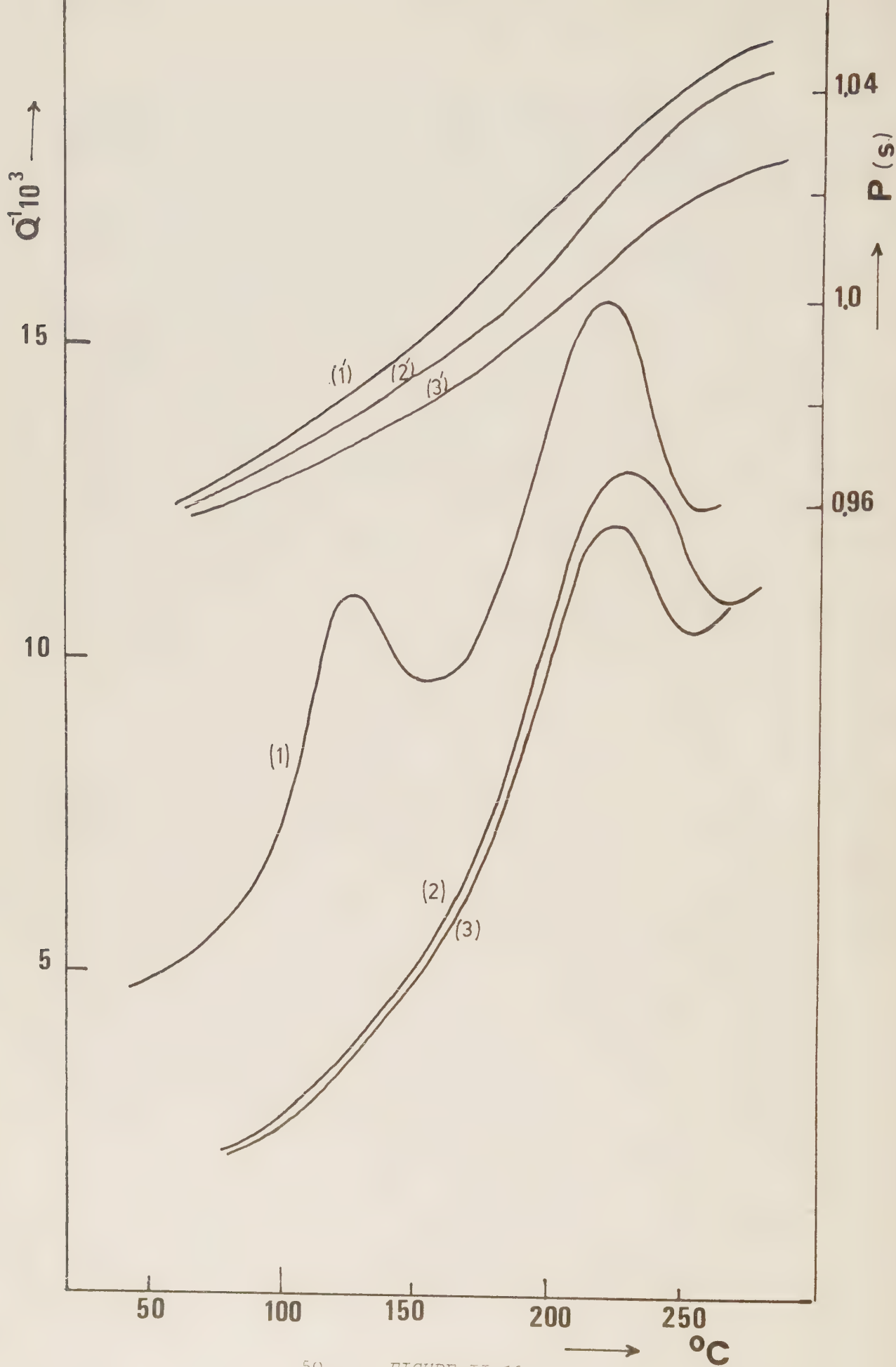
Si les paires (i-s) sont responsables de phénomènes de relaxation dans l'austénite, elles ne sont certainement pas seules, il faut donc examiner la possibilité de relaxation (i-i) ou (i-v).

Relaxations (i-i) et (i-v)

Pour démontrer le rôle que joue l'une au moins des relaxations (i-i) ou (i-v) il suffit d'effectuer des expériences sur des alliages fer-carbone austénitiques ne contenant pas d'élément en substitution. En fait, l'obtention de tels échantillons pose quelques difficultés que nous avons choisi de surmonter en préparant les échantillons par diffusion à $1135^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ en présence d'un mélange $\text{CH}_4 + \text{H}_2$. Les échantillons obtenus ne sont pas parfaitement austénitiques (60 à 70 % γ). Les courbes $Q^{-1}(T)$ enregistrées au cours de trois montées successives sont fournies à la figure II.12. Les résultats de l'étude par frottement intérieur de la martensite (figure II.13) et la variation de la période (figure II.12) montrent que le spectre $Q^{-1}(T)$ a une composante stable dont le maximum est voisin de 220°C due à une relaxation dans l'austénite binaire. L'une au moins des relaxations (i-i) ou (i-v) est à l'origine de la relaxation observée dans l'austénite.

Pour une matrice cubique à faces centrées contenant des interstitiels K^{e} et coll. (1,2) ont proposé un modèle de relaxation dû à la réorientation de paires (i-i) à partir de leur résultat dans les alliages nickel-carbone. Tsien (33) a vérifié plus tard que dans l'alliage nickel-carbone, l'intensité de relaxation varie comme le carré de la concentration en interstitiel. Cette variation parabolique a été établie également dans les austénites Fe-Cr-C (5) et Co-C (34). Mais elle ne suffit pas à nos yeux à assurer l'existence de relaxation (i-i) il est utile d'examiner si l'existence de paires (i-i) est bien assurée car d'autres complexes peuvent comporter deux interstitiels. Les seules paires (i-i) que nous envisageons sont celles pour lesquelles les interstitiels sont mutuellement premier ou second voisins (figure II.14) : paires $\text{C} - \text{C} \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ ou chaînes $\text{C}-\text{Fe}-\text{C} \langle 100 \rangle$.

Ces configurations, si elles sont en nombre suffisant ($\sim 1\%$) peuvent être détectées par spectrométrie Mössbauer puisqu'elles créent pour le fer des environnements caractérisés par deux interstitiels voisins. Dans



Variations de Q^{-1} (1, 2, 3) et de la période (1', 2', 3') en fonction de la température de l'alliage Fe-C obtenu par diffusion en phase gazeuse. Les courbes 1, 2, 3 sont obtenues lors de 3 montées en températures successives.

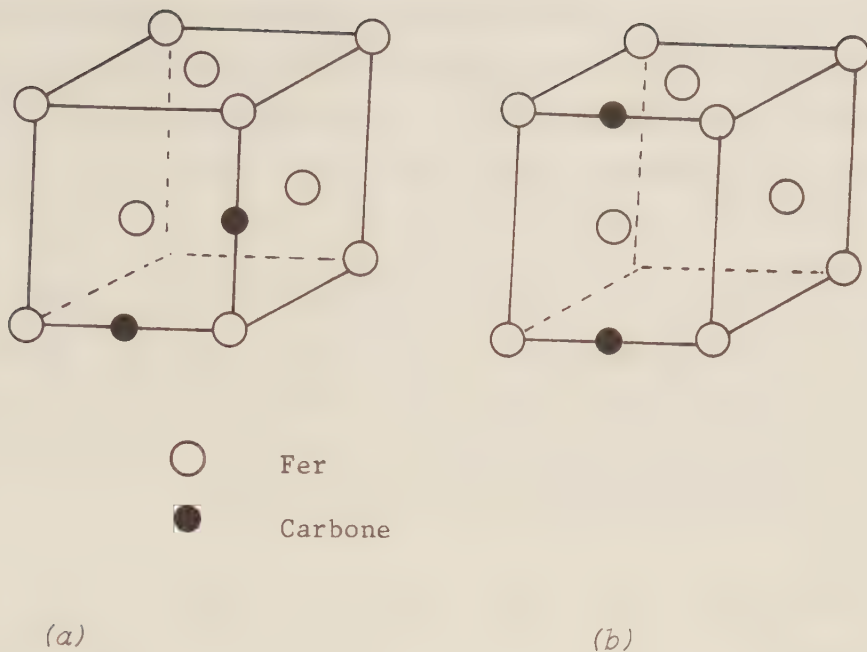


FIGURE II.14

(a) *paire* $C - C \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$

(b) *chaîne* $C - Fe - C \langle 100 \rangle$

l'austénite fer-azote un environnement de ce type a été observé (21). Il est vraisemblable que la relaxation observée dans l'austénite binaire fer-azote soit due à la réorientation de paires $N-N \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ ou $N-Fe-N \langle 100 \rangle$. Dans l'austénite fer-carbone, l'interaction carbone-carbone est de nature répulsive et s'oppose à la formation des défauts $C-C \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ et $C-Fe-C \langle 100 \rangle$. Bien sûr, la preuve absolue de l'absence de tels défauts n'est pas apportée. Cependant, les résultats obtenus permettent de penser que pour les températures de mise en solution voisines ($650^{\circ}C$) l'intensité de relaxation serait beaucoup plus faible pour une austénite binaire Fe-C que pour une austénite binaire Fe-N. Puisque la taille de l'atome de carbone est inférieure à celle de l'atome d'azote, la différence ne peut s'expliquer que par une très faible densité de paires (i-i) et vraisemblablement par leur absence dans l'austénite fer-carbone.

Compte-tenu du fait que l'interaction carbone-carbone est répulsive, l'argument précédent est nécessaire pour établir l'importance des relaxations (i-v). En effet, l'augmentation de l'intensité de relaxation avec la température de mise en solution T_Y établie par Ulitchny et Gibala (8) pourrait aussi bien s'interpréter à partir d'une densité de lacune d'autant plus grande que la température T_Y est plus élevée qu'à partir d'une augmentation de la densité des paires (i-i) avec T_Y , la répulsion étant d'autant moins efficace que T_Y est plus élevée. En fait, nos résultats de spectrométrie Mössbauer et les mesures thermodynamiques sont effectués soit sur des austénites trempées depuis 1150°C soit à haute température. On peut penser que les paires $C-C \frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ et $C-Fe-C \langle 100 \rangle$ sont très instables et se détruisent pendant la trempe à la différence des paires lacune-carbone.

Quel modèle peut rendre compte de la paire ou du complexe (i-v) ? On peut penser à l'association d'une lacune et d'un interstitiel unique. Dans ce cas, l'énergie de liaison est très élevée puisqu'elle est estimée supérieure à 10 kcal/mole (8). En outre, il ne paraît pas évident que l'atome de carbone n'occupe pas tout simplement le site métallique vacant de symétrie cubique, ce qui n'entraîne aucun effet anélastique.

Wu et Wang (4) ont proposé un complexe baptisé malencontreusement paire interstitiel (i-i) faisant appel à l'existence d'une lacune. Ce complexe est constitué d'un interstitiel occupant une lacune et d'un deuxième interstitiel premier voisin situé dans le site octaédrique normal. Ce modèle (figure II.15) ne semble pas très satisfaisant dans l'explication du phénomène

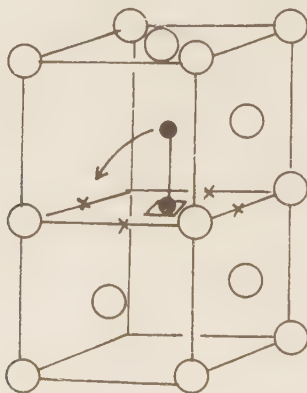


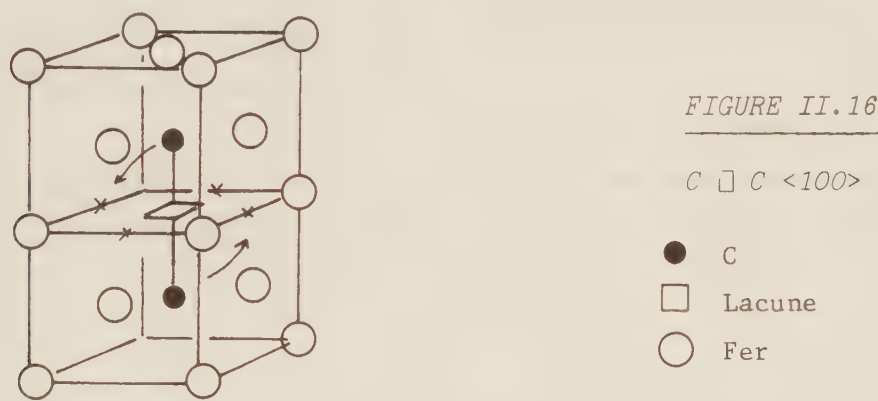
FIGURE II.15

Modèle de Wu et Wang (4)

- : carbone
- : lacune
- : fer

anélastique observé car ses conséquences sont en désaccord avec les valeurs des énergies de formation de déplacement des lacunes calculées par Ulitchny et Gibala (8). En particulier, la valeur élevée de l'énergie de déplacement des lacunes (~ 40 kcal/mole) suggérée par ce modèle aurait entraîné une mobilité très faible dans le domaine de température considéré. (8).

En l'absence de modèle bien établi, nous choisissons celui qui nous semble le plus simple et qui dérive de l'interstitiel dissocié (35). Le complexe peut alors être décrit par $C \square C \langle 100 \rangle$ (figure II.16). Ce complexe présente par rapport à celui de Wu et Wang une symétrie supérieure ce qui doit correspondre à une minimisation de l'énergie potentielle.



Pour une température de mise en solution donnée, on peut penser que l'intensité de relaxation due aux complexes (i-v) varie comme le carré de la concentration en carbone. Dans les alliages étudiés, il est généralement impossible de modifier la concentration en carbone sans modifier la concentration en élément gammagène de substitution. Cependant, l'examen de différentes courbes $Q^{-1}(T)$ enregistrées pour quatre alliages de composition différente, montre que les pics sont dissymétriques et que la partie basse température ($\sim 210^{\circ}\text{C}$) varie, en première approximation, comme le carré de la concentration en carbone y^2 , alors que la partie haute température varie plutôt comme $yP_5 = y \times 6x(1 - x)^5$ (36). La figure et la tableau ci-après présentent les rapports d'intensités de relaxation obtenus par un calcul

approché et par les mesures de Q^{-1} sur les courbes déduites des fonds continus de quatre alliages :

$$Fe_{100-x}Ni_xC_y \left\{ \begin{array}{l} Fe \ 17 \ \% \ Ni \ 0,8 \ \% \ C \\ Fe \ 26 \ \% \ Ni \ 0,3 \ \% \ C \end{array} \right.$$

$$\text{soit} \left\{ \begin{array}{l} Fe \ Ni_{16,5} \ C_{3,8} \quad (1) \\ Fe \ Ni_{25} \ C_{1,48} \quad (2) \\ \text{en pourcentage atomique} \end{array} \right.$$

$$Fe_{100-x}Mn_xC_y \left\{ \begin{array}{l} Fe \ 12 \ \% \ Mn \ 1,2 \ \% \ C \\ Fe \ 13,5 \ \% \ Mn \ 0,85 \ \% \ C \end{array} \right.$$

$$\text{soit} \left\{ \begin{array}{l} Fe \ Mn_{12,4} \ C_{5,7} \quad (1) \\ Fe \ Mn_{14,2} \ C_4 \quad (2) \\ \text{en pourcentage atomique} \end{array} \right.$$

Alliages	$P_5 = 6 \frac{x}{100} (1 - \frac{x}{100})^5$	$(\frac{y_1}{y_2})^2$	$\frac{h_1}{h_2}$	$\frac{y_1^{P_{51}}}{y_2^{P_{52}}}$	$\frac{h'_1}{h'_2}$
(1) Fe Ni _{16,5} C _{3,8}	0,356	6,5	6,65	2,9	3,3
(2) Fe Ni ₂₅ C _{1,48}	0,402				
(1) Fe Mn _{12,4} C _{5,7}	0,384	<u>~ 2</u>	<u>~ 2</u>	1,38	1,47
(2) Fe Mn _{14,2} C ₄	0,396				

h_i et h'_i sont les hauteurs des courbes $Q^{-1}(T^\circ)$ pour deux températures correspondant aux maxima du frottement intérieur soit : 210 et 236°C pour les austénites Fe-Ni-C et 245, 255°C pour les austénites Fe-Mn-C.

La comparaison des valeurs numériques obtenues précédemment à partir d'une hypothèse simplifiée (défauts élastiques dus seulement à la configuration E_5 , la variation exponentielle du fond continu etc) nous donnent une idée sur

la contribution de deux mécanismes (i-v) et (i-s) à la dissipation de l'énergie dans les austénites. Il semble que les relaxations des paires (i-v) se manifestent une vingtaine de degré en-dessous de la relaxation des paires (i-s). La diffusion du carbone serait donc plus rapide au voisinage des lacunes qu'au voisinage des substitutionnels. La différence d'énergie d'activation est de l'ordre de quelques centièmes d'électron-volt.

L'interprétation précédente doit tenir compte des effets de concentration en carbone et en élément en substitution qui modifient les coefficients de diffusion du carbone et par conséquent les temps de relaxation relatifs aux mécanismes (i-v) et (i-s). Dans les alliages fer-nickel-carbone, l'accroissement de la concentration en carbone augmente le coefficient de diffusion (32) ce qui entraîne une diminution de la température du pic. Mais l'estimation du déplacement du pic dû à la concentration en carbone est rendue difficile par la présence du nickel qui augmente aussi le coefficient de diffusion (1). En particulier, l'effet du carbone sur le coefficient D pourrait être compensé totalement ou partiellement par celui du nickel quand on passe de l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C à l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C. Une étude quantitative exigerait soit un plus grand nombre de mesures soit les variations indépendantes des concentrations en nickel et en carbone.

Le modèle proposé, fondé sur une description du pic par deux types de relaxations (i-v) pour la partie basse température et (i-s) pour la partie haute température est cohérent avec l'influence de la nature de l'atome en substitution. Les mesures macrographiques ont montré que si un accroissement de la teneur en nickel augmente le coefficient de diffusion, un accroissement de la teneur en manganèse ne conduit à aucun effet mesurable (1). On constate que la température du pic est, pour une fréquence donnée, plus basse en présence de nickel qu'en présence de manganèse. Il apparaît que le temps de relaxation relatif aux complexes (i-v) est également sensible aux éléments en substitution dont la présence translate l'ensemble du pic. Peut être ce fait est-il à rapprocher de la translation d'ensemble des déplacements isomériques en présence d'éléments en substitution constatée par spectrométrie Mössbauer ?

CONCLUSION

Comme le montre l'existence d'un pic de relaxation dans l'austénite binaire fer-carbone, la relaxation de paires (i-s) seule ne suffit pas à interpréter le maximum de frottement intérieur observé vers 220°C dans les alliages austénitiques.

A côté des paires (i-s), des complexes (i-v) s'ordonnent dans le champ de contrainte. L'existence, dans l'austénite, de paires carbone-carbone est, à la différence de celle des paires azote-azote, rendue peu vraisemblable en raison de la forte répulsion carbone-carbone mise en évidence par spectrométrie Mössbauer. Le pic de frottement intérieur est, en définitive, formé de deux composantes : pour la partie basse température, relaxation des complexes (i-v) et pour la partie haute température, relaxation des paires (i-s).

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II

- (1) T.S. KE & C.M. WANG *Acta Phys. Sinica*, 11, (1965) 387
- (2) T.S. KE & C.T. TSIEN *Acta Phys. Sinica*, 12, 6, (1956) 607
- (3) T.S. KE & P.W. YANG *Acta Phys. Sinica*, 12, 5, (1957) 401
- (4) T.L. WU & C.M. WANG *Acta Phys. Sinica*, 14, 4, (1958) 354
- (5) V.D. VERNER *Fiz. Métal.* 25, 2 (1968) 350
- (6) J.A. PETERSON, R. GIBALA
& A.R. TROIANO *J. Iron and Steel Institute*, Janvier
(1969) 86
- (7) V. KANDARPA & J.W. SPETNAK *Trans. Met. Soc. AIME*, 245 (1969) 1439
- (8) M.G. ULITCHNY & R. GIBALA *Met. Trans*, 4 (1973) 497
- (9) P. MOSER & R. PICHON *J. Phys. F.* 3 (1973) 363
- (10) C. ZENER *Elasticity and Anelasticity of Metals*
Chicago Press (1948)
- (11) Y. ADDA & J. PHILIBERT *La diffusion dans les solides Presses*
Universitaires de France (1966)
- (12) R. STREET *J. of Appl. Phys. Suppl.* 31, 5 (1960) 3105
- (13) R. STREET & J.H. SMITH *Le journal de Physique et le Radium*
Tome 20, février 1959, 82
- (14) B. LEWIS & R. STREET *Proc. Phys. Soc.* LXXII, 4, 604
- (15) J.F. DELORME *Thèse, Lyon* (1971)
- (16) E.J. KONDORSKY & V.L. SEDOV *Soviet. Phys. I.E.T.P.*, 35 (1959) 1104
- (17) W.H. MEIKLEJOHN *J. of Appl. Suppl.* 3, 3 (1961) 2745
- (18) V. GONSER, C.J. MEECHMANN,
A.H. MUIR, H. WIEDERSICH *J. of Appl. Phys.* 34, 8 (1963) 2373
- (19) R.P. MIKESELL & R.P. REED *J. of research of the national bureau of*
standards. C. Engeneering and instrumen-
tation 70 C, 3 (1966) 207
- (20) Y. ENDOH & Y. ISHIKAWA *J. of the Phys. Soc. of Japan* 37, 6
Juin 1971, 1614
- (21) J. FOCT *Thèse, Nancy* (1973)
- (22) C.S. ROBERTS *Trans. TMS AIME* 197, (1953) 203
- (23) G. LE CAER *Thèse, Nancy* (1974)
- (24) J.M. GENIN & P.A. FLINN *Trans. AIME* 242 (1968) 1419
- (25) J. FOCT, J.M. DUBOIS,
G. LE CAER *J. Phys. (à paraître)*

- (26) J.M. GENIN *Thèse, Orsay, (1970)*
- (27) J. FOCT *C.R. Ac. Sc. 276 C, (1974) 1159*
- (28) SURI A SASTRI, RANJANRAY *Métal. Trans. 5, Juin 1974, 1501*
- (29) A.S. NOWICK, B.S. BERRY *Anelastic relaxation on cristalline Solids Academic Press (1972)*
- (30) J.L. SNOEK *Phys. VIII, (1941) 711*
- (31) Y. ADDA et J. PHILIBERT *La diffusion dans les solides Presses Universitaires de France (1966)*
- (32) C. WELLS, W. BATZ, R.F. MEHL *Trans. AIME 188, (1950) 553*
- (33) C.T. TSIEN *Acta Phys. Sinica 10, (1961) 930*
- (34) G. MAH, C. WERT *Trans. Met. Soc. AIME 242, (1968) 1212*
- (35) Y. GUERE *Défauts ponctuels dans les métaux Masson (1967)*
- (36) G.K. HOANG & J. FOCT *C.R. Ac. Sc. 278 C, (1974) 401*

CHAPITRE III

PHENOMENES ANELASTIQUES OBSERVES LORS DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE ET DU REVENU DES MARTENSITES AU CARBONE.

Contexte de l'Etude

Dans ce chapitre sont rassemblés tous les résultats obtenus lors de la formation de la martensite et lors de l'évolution de cette phase. En fait, ces phénomènes sont de nature différente, les premiers sont observés aussi bien dans les martensites à base de fer dépourvues de carbone ou d'azote que dans celles qui en contiennent ; les phénomènes étudiés ensuite sont eux directement liés à la présence d'interstitiels et à une redistribution de ces interstitiels. Cette redistribution peut être due au champ de contrainte des dislocations ou à des mécanismes de préprécipitation et de précipitation. Récemment, plusieurs travaux français ont été publiés sur les sujets évoqués (1 à 4).

Delorme et Gobin (1) en particulier ont examiné "les phénomènes anélastiques pendant les transformations martensitiques" ; nous nous sommes appuyé sur leurs interprétations.

Lors de la montée en température, entre 77°K et 300°K environ, nous avons effectué des observations dans le domaine déjà exploré par Bastien, Azou, Plusquelec et leurs collaborateurs (4 à 8). Au voisinage de la température ambiante, nous avons pu comparer nos résultats à ceux de Bertin, Parisot et de Fouquet (2, 9). A plus haute température enfin, les résultats de Gaillot, Fantozzi et Gobin (3, 10) nous ont guidé dans la conception des expériences et dans les interprétations.

La revue précédente exclusivement, limitée aux travaux les plus récents est très loin de constituer une bibliographie complète sur le sujet. Les travaux précédemment cités contiennent de bonnes revues, nous n'en présenterons pas de nouvelle. Simplement, nous tenons à rappeler que le singulier n'est que très rarement justifié quand on parle de martensite et que les observations parfois divergentes de différents expérimentateurs sont le plus souvent liées à des martensites différentes par leur composition, leur structure, leur traitement, leur histoire.

III.1 - PHENOMENES OBSERVES LORS DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

III.1.1 - Rappels sur la transformation martensitique

De nombreux travaux ont été consacrés à la transformation martensitique (11, 12, 13). Les études par microscopie électronique en particulier, ont fourni de précieuses informations sur la morphologie de la martensite liée au cisaillement nécessaire à la transformation (14 à 16). Nous nous bornons ici à rappeler les faits essentiels liés à la transformation elle-même :

- la transformation s'effectue sans diffusion et s'accompagne d'un cisaillement macroscopique .

Il en résulte que la phase fille (α') a la même composition que la phase mère (γ).

- la transformation démarre lors du refroidissement à une température dite M_s qui dépend de la composition de l'alliage mais aussi du champ de contrainte appliqué. Parmi les différentes relations empiriques qui fournissent M_s en fonction de la composition, nous retenons celle de K.W. Andrews (13)

$$M_s (^{\circ}\text{C}) = 539 - 423 \times \% \text{C} - 30,4 \times \% \text{Mn} - 17,7 \times \% \text{Ni} \\ - 12,1 \times \% \text{Cr} - 7,5 \times \% \text{Mo}$$

- En-dessous d'une température dite M_F la transformation ne se poursuit plus.
- Une description géométrique permet de traiter la transformation comme une déformation affine à plan invariant décomposée en trois opérations (17, 18, 19) :

- la déformation homogène du réseau suivant le mécanisme de Bain.
- un ou deux cisaillements.
- une rotation globale du volume transformé.

En fait, les mécanismes précédemment décrits malgré le caractère fructueux des déductions qu'ils permettent, en particulier dans les études de relation d'orientations et des plans d'accolement cachent une certaine ignorance de la nature intime de la transformation (20). Par exemple, un point aussi important que l'ordre de la séquence des étapes précitées ou de leur simultanéité n'est pas éclairci.

Du point de vue du frottement intérieur, les transformations polymorphiques dans les métaux et leurs alliages donnent naissance à des effets anélastiques. Une revue des différents résultats relatifs aux changements de phases obtenus par frottement intérieur et des interprétations proposées a été faite par Gobin (21) ; retenons que les mesures anélastiques distinguent la transformation par cisaillement de la transformation par diffusion. En outre la cinétique de la transformation constitue souvent un facteur primordial (22). La transformation de phase s'accompagne d'une modification du module élastique de l'échantillon qui entraîne des variations dans la période d'oscillation lorsque celui-ci est soumis aux contraintes cycliques. A ce sujet, il nous apparaît que les variations dimensionnelles de l'échantillon liées à la transformation ne sont pas toujours prises en considération. Elles nécessiteraient que les mesures anélastiques soient étroitement associées à des mesures dilatométriques.

En raison des difficultés expérimentales et de l'impossibilité d'isoler tous les paramètres, les résultats sont trop qualitatifs pour étayer complètement les différentes théories proposées (23, 24). L'étude de Delorme (1) sur les aciers Fe-Ni, Fe-Ni-Cr et Co-Ni a cependant conduit à une analyse des différents phénomènes et permis de dégager les paramètres importants ainsi que les liens entre les effets observés et la plasticité associée à la transformation. De l'étude précédente, nous tirons les idées suivantes nécessaires à éclaircir nos résultats.

- A côté d'une variation relative de volume, la transformation martensitique entraîne une déformation plastique qui varie avec la contrainte appliquée. Le mécanisme de microplasticité semble lié à l'intensité de la force motrice de la transformation. Si cette force motrice est élevée, le mécanisme prépondérant est probablement l'accommodation dans la phase la plus déformable, c'est-à-dire l'austénite. Par contre, dans les alliages pour lesquels la force motrice est plus faible, par exemple dans le système cobalt-nickel, la transformation est induite par la contrainte sur certains systèmes de glissement préférentiels et provoque une déformation plastique macroscopique.

- Le frottement intérieur mis en évidence au cours de la transformation martensitique présente des maxima totalement irréversibles dont l'amplitude dépend de la dérivée de la quantité transformée par rapport au temps, de la vitesse de variation de la température, de la fréquence d'oscillation et pratiquement pas de l'amplitude de sollicitation.

- Les processus physiques de dissipation d'énergie sont de type hystérésis. Le facteur prépondérant de la dissipation d'énergie semble être le travail effectué par la contrainte appliquée lorsque la transformation est induite dans le sens de cette contrainte. Ce phénomène est plus important sous contrainte alternée.

III.1.2 - Résultats obtenus lors de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$

Les échantillons initialement austénitiques Fe 0,8 % C 17 % Ni Fe 0,3 % C 26 % Ni et Fe 30 % Ni, sont montés sur le pendule à température ambiante. La dissipation d'énergie et la période sont enregistrées lors de la descente en température jusqu'au point d'ébullition de l'azote. La vitesse de descente en température est importante (jusqu'à 600°C/heure).

Au cours du refroidissement, les variations du frottement intérieur et de la période enregistrées sur les alliages précités sont très semblables. A partir d'une température T_g , on remarque une forte augmentation du frottement intérieur et un saut brutal de la période (*figures III.1, 2*). La forte

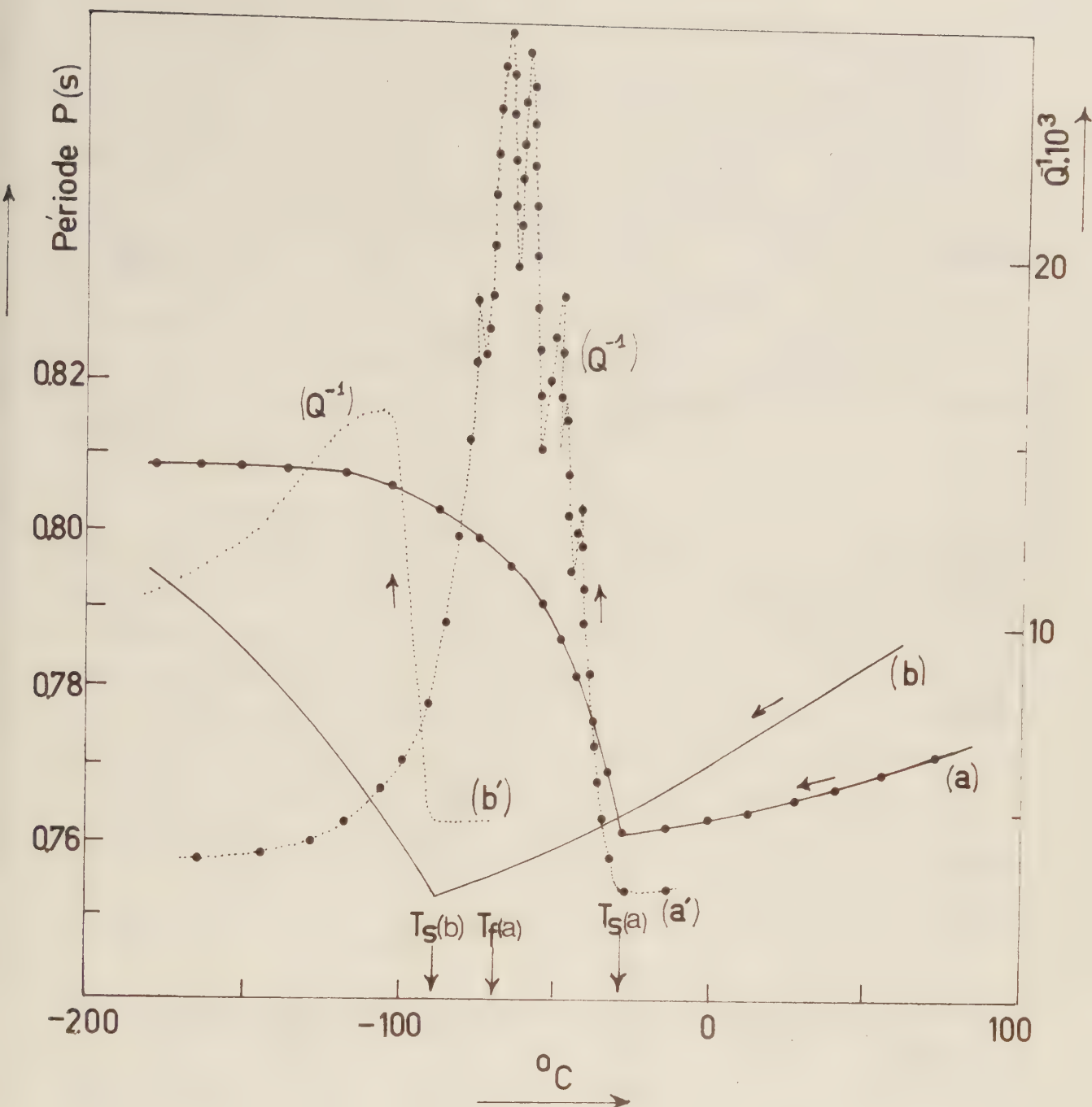


FIGURE III.1

Variations de la période d'oscillation (a,b) et du frottement intérieur (a', b') en fonction de la température au cours de la transformation martensitique.

- (a) : alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C
 (b) : alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C.

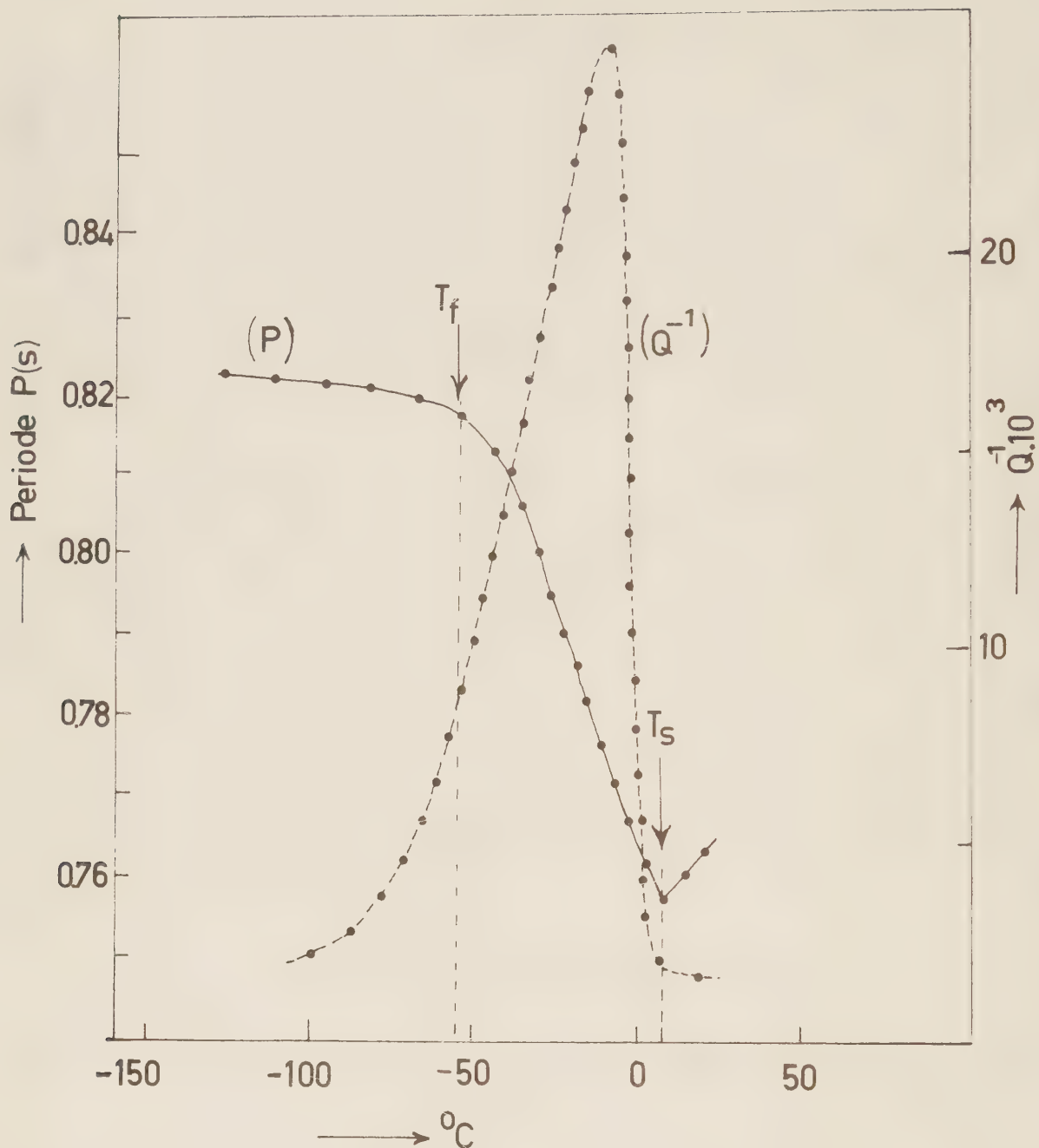


FIGURE III.2

Variations de la période et du frottement intérieur (courbe pointillée) en fonction de la température au cours de la transformation martensitique de l'alliage Fe 30 % Ni (% C $\leq$ 0,04 %).

dévi- ation de la position d'équilibre qui accompagne les variations de Q^{-1} et P est souvent si brutal qu'elle interdit l'utilisation du dispositif d'asservissement que nous utilisons. La variation de Q^{-1} brutal et discon- tinue est caractéristique du phénomène de Burst observé également au cours des transformations martensitiques des alliages Fe-Ni, Fe-Ni-Cr par Delor- me (1). Ce phénomène correspond à une réaction en chaîne, autocatalytique de plaquettes de martensite (12, 13). Cette variation discontinue de Q^{-1} est d'autant plus importante que l'alliage contient plus de carbone, en particulier, pour l'alliage Fe 30 Ni, la courbe de Q^{-1} enregistrée par le dispositif automatique est presque continue.

Après une diminution avec la température lors du refroidissement due à l'augmentation du module élastique dynamique et à la concentration thermique de l'échantillon, la période augmente de façon monotone à partir de la température T_s et se stabilise asymptotiquement à partir d'une tempé- rature T_f (Figure III.1.2). La température T_f n'est pas toujours observée en particulier pour l'alliage contenant 0,8 % C et 17 % Ni. Le tableau sui- vant fournit les valeurs de T_s et T_f mesurées ainsi que les variations re- latives de la période $\frac{\Delta P}{P}$ calculées avant et au cours de la transformation martensitique pour un intervalle de 100°C.

Nuances	$T_s \text{ } ^\circ\text{C}$	$T_f \text{ } ^\circ\text{C}$	$\left(\frac{\Delta P}{P}\right) (\gamma)$ $\Delta T = 100$	$\left(\frac{\Delta P}{P}\right) \gamma \rightarrow \alpha'$ $\Delta T = 100^\circ\text{C}$
Fe 0,8 % C 17 % Ni	- 90		$2,54 \cdot 10^{-2}$	$4,5 \cdot 10^{-2}$
Fe 0,3 % C 26 % Ni	- 20	$\sim - 75$	$2 \cdot 10^{-2}$	$5,3 \cdot 10^{-2}$
Fe 30 % Ni	11	$\sim - 50$		

Bien que le dispositif expérimental de mesure dilatométrique dont nous disposons ne soit pas destiné à fonctionner avec des vitesses de refroi- dissement comparables à celles qui sont utilisées avec le pendule de frotte- ment intérieur, une étude dilatométrique a été effectuée lors de la transfor- mation $\gamma \rightarrow \alpha'$. La figure III.3 illustre la courbe dilatométrique différentielle

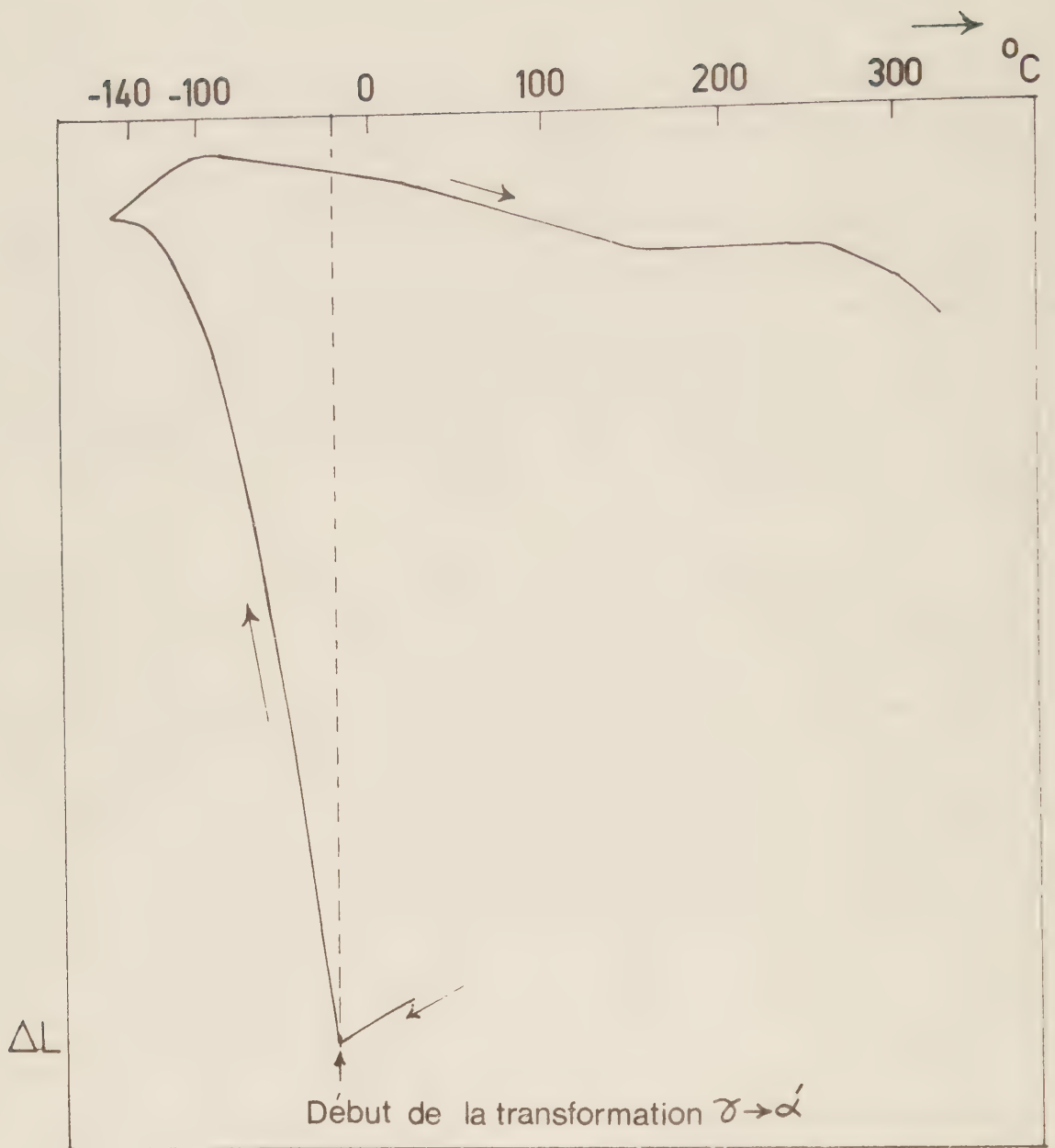


FIGURE III.3

Courbe dilatométrique différentielle au cours du refroidissement (AB) et du chauffage (BC) de l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C.

de l'alliage Fe 0,3 % C 26 % Ni, l'étalon étant une éprouvette en pyros Cr = 0,8 %, W = 4 %, Mn = 3 %, Fe = 3 %, Ni 89,2 %. Nous constatons une dilatation importante de l'échantillon au cours de la transformation martensitique. Ce résultat nous a obligé à tenir compte de la contribution éventuelle de la dilatation thermique dans la variation de la période d'oscillation.

A côté des mesures dilatométriques, un enregistrement du cisaillement de l'échantillon ϵ_p lors de la transformation a été réalisé sur le pendule lui-même. L'alimentation des bobines d'entretien étant coupée, l'échantillon est refroidi jusqu'à la température de l'azote liquide (-196°C) à une vitesse de 300°C/h environ. Les résultats obtenus sont illustrés par la figure III.3. Les échantillons ne sont soumis à aucun couple qui auraient pour conséquence d'amplifier et d'orienter les effets mesurés (1). Le pendule est initialement à la position d'équilibre, à partir d'une température T_s^P , on constate une variation importante du cisaillement ϵ_p accompagnée des mouvements vibratoires pseudo-périodiques du pendule. Le sens de variation de la position d'équilibre est aléatoire ; ce phénomène a été observé dans les alliages FeNiCr et FeNi par d'autres auteurs (1, 25). La différence entre les amplitudes de déformation ($10^{-4} \leq \epsilon_p \leq 10^{-2}$) d'un échantillon à l'autre du même alliage est attribuée au traitement de mise en forme effectué avant et après le maintien dans le domaine γ .

Les vibrations pseudo-périodiques se produisent jusqu'à une température située entre -50 et -60°C ; au-dessous de cette température, les déformations deviennent continues et tendent vers une valeur stationnaire à partir de -90°C .

III.1.3 - Discussion

Les résultats que nous avons obtenus par frottement intérieur, la mesure de déformation plastique induite au cours de la transformation martensitique montrent bien qu'il y a une corrélation entre ces deux phénomènes. En effet, comme le montre le tableau suivant, les températures d'apparition de

	Eprouvette A Fe 0,3 C 26 Ni 2h 950°C sous argon	Eprouvette B Fe 0,3 C 26 Ni 2h 1000°C sous H ₂
Domaine de température de l'anomalie de la période	- 20°C - 75°C	- 4°C - 60°C
Domaine de déformation plastique	- 20°C - 90°C	- 4°C - 85°C

"l'anomalie de période" T_s (où Q^{-1} commence à augmenter fortement) correspondent aux températures T_s^P où commencent la déformation plastique et les mouvements vibratoires.

- Les températures pour lesquelles se stabilisent les déformations induites sont voisines de celles pour lesquelles la période devient stationnaire.

Cette corrélation résulte des propriétés suivantes :

- l'intensité du frottement intérieur est liée à la cinétique de transformation
- la déformation plastique induite est étroitement liée à la quantité de martensite formée (1).

Le phénomène de Burst qui explique l'allure saccadée de la courbe Q^{-1} en fonction de la température est vraisemblablement à l'origine des sauts brutaux de la position d'équilibre du pendule lors de l'essai de microplasticité (*Figure III.4*). Les oscillations qui suivent ces sauts sont en accord avec l'hypothèse (7) d'états vibratoires pseudo-périodiques dus à des échelons élémentaires d'excitation provoqués à intervalles irréguliers par la formation de plaquettes de martensite.

L'importance de la déformation plastique en l'absence de couple appliqué que l'on observe sur les alliages FeNiC (10^{-4} - 10^{-3}) par rapport aux valeurs constatées ($< 5.10^{-5}$) sur d'autres alliages FeNi par Scheil (25) ou sur FeNiCr par Delorme (1) semble liée à la présence de carbone interstitiel

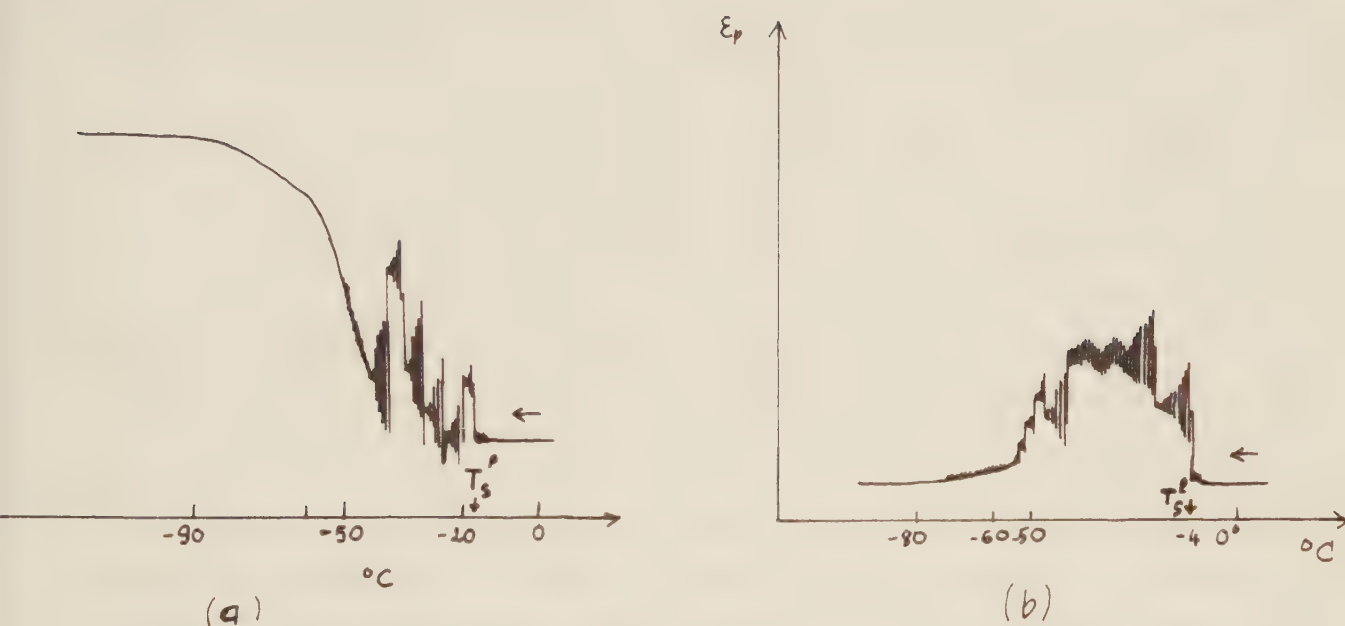


FIGURE III 4

Déformation plastique au cours de la transformation martensitique de l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C

- (a) 2 h à 900°C sous argon, trempe eau
 (b) 1 à 2 h à 1000°C sous H_2 , trempe eau

En effet, sur l'alliage FeNi, nous n'avons pas observé des "discontinuités" importantes du frottement intérieur au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$, au contraire des alliages FeNiC. En outre, ces discontinuités sont plus marquées pour l'alliage Fe 0,8 % C 17 % Ni que pour l'alliage Fe 0,3 % C 26 % Ni. Les alliages étudiés ayant subi le même traitement thermique, la différence de comportement ne s'explique que par la présence du carbone (*figure III.4*).

La variation de la période d'oscillation nous donne des renseignements complémentaires sur la transformation martensitique. La période d'oscillation du pendule varie comme C^{-1} où C est le couple de rappel exercé par l'échantillon. Pour un échantillon cylindrique de diamètre d et de longueur l, C est égal à $\frac{1}{32} G \pi d^4 l^{-1}$. Le moment d'inertie I du système oscillant reste constant si la dilatation est isotrope, nous avons :

$$P = 2 \pi \frac{I}{G d^4 l^{-1}} \times \frac{32}{\pi} \quad \frac{\Delta P}{P} = - \frac{1}{2} \frac{\Delta G}{G} - \frac{3}{2} \frac{\Delta \Lambda}{\Lambda}$$

où $\frac{\Delta \Lambda}{\Lambda}$ représente la variation relative des dimensions. $\frac{\Delta \Lambda}{\Lambda}$ résulte de la dilatation thermique de l'échantillon et de la variation dimensionnelle due au changement de phase. En l'absence de transformation de phase, on observe au cours du refroidissement une diminution de la période d'environ 2 % pour 100°C. Cette variation est due aux dérivées non nulles de G et Λ par rapport à la température. En fait, ces deux grandeurs ne sont pas indépendantes et dérivent toutes deux des potentiels interatomiques (26). Puisqu'en général $\frac{dG}{dt} < 0$ et $\frac{d\Lambda}{dt} > 0$, le sens de variation de la fonction P(t) observée montre que c'est bien la contribution du module qui est prépondérante. Le raisonnement précédent néglige bien sûr la contribution éventuelle de défauts mobiles du réseau et d'autres phénomènes anélastiques de type relaxation ou autre.

Lors de la transformation martensitique, les valeurs de G et Λ sont changées et prennent des valeurs intermédiaires entre celles des phases cubiques à faces centrées et tétraogonales centrées.

On peut prévoir lors du passage $\gamma \rightarrow \alpha'$

$$\Lambda_{\alpha'} > \Lambda_{\gamma} \quad \text{et} \quad G_{\alpha'} < G_{\gamma} \quad (27)$$

La variation de période observée, caractérisée grossièrement par l'inégalité $P_{\alpha'} < P_{\gamma}$ montre que, encore une fois, la variation relative de module élastique dynamique est le phénomène prépondérant. La modification est donc étroitement liée à celle du module élastique qui est fonction de la quantité de phase transformée et contrairement à Q^{-1} , insensible à sa dérivée par rapport au temps.

Les remarques que nous avons faites sur les phénomènes anélastiques au cours de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ nous conduisent à assimiler les températures T_s et T_s^P à la température de début de la transformation martensitique M_s . La comparaison entre les valeurs de T_s mesurées et celles de M_s calculées à partir de la formule de K.W. Andrews est portée dans le tableau suivant :

Nuances	T_s (°C)	M_s (°C)
Fe 30 % Ni	11	9
Fe 0,3 % C 26 % Ni	- 21	- 48
Fe 0,8 % C 17 % Ni	- 90	- 85

L'effet des contraintes appliquées lors de la mesure du frottement intérieur tend sans doute à rendre T_s supérieur à M_s , cependant la précision des mesures ne permet pas de le vérifier avec certitude.

Pour les alliages Fe 30 % Ni et Fe 0,8 % C 17 Ni, les valeurs de T_s sont très voisines des valeurs M_s calculées. Par contre, pour l'alliage Fe 0,3 % C 26 Ni, il y a un écart assez important entre ces deux températures. Ceci peut s'expliquer par l'imprécision due à la connaissance imparfaite de la composition exacte des échantillons, aux défauts d'homogénéité et aux pertes en carbone lors des traitements thermiques. Les résultats obtenus sur deux éprouvettes du même alliage Fe 0,3 % C 26 % Ni, mais traités de deux façons différentes, semblent confirmer cette hypothèse :

- éprouvette traitée 2h. à 950°C sous argon $T_s = - 20^{\circ}\text{C}$ $T_f = - 75^{\circ}\text{C}$
- " " 2h. à 1000°C " hydrogène $T_s = - 4^{\circ}\text{C}$ $T_f = - 60^{\circ}\text{C}$

Les effets de plasticité sont étroitement liés aux modifications structurales des alliages, il en va de même pour l'évolution du module dynamique. On peut penser que lorsqu'il n'y a plus de phase qui se transforme, l'"anomalie" du module disparaît. Ceci peut nous donner des renseignements sur le déroulement de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$.

Dans le cas des alliages Fe 0,3 % C 26 % Ni et Fe 30 % Ni, on voit que la période tend vers une valeur stationnaire avant la température de l'azote liquide : la transformation est complètement terminée au cours du refroidissement à l'azote liquide. Par contre, pour l'alliage Fe 0,3 % C 17 % Ni la période continue à augmenter même à la température de l'azote liquide : la transformation est inachevée à la température 77°K.

La quantité de martensite formée est donc probablement moins importante pour l'alliage Fe 0,8 % C 17 % Ni que pour l'alliage Fe 0,3 % C 26 % Ni qui conserve une quantité appréciable d'austénite résiduelle après trempe à l'azote liquide.

Par micrographie optique, nous avons estimé qu'il y a environ de 80 à 90% de martensite formée dans l'alliage Fe 0,3 % C 26 % Ni et environ 60 % pour l'alliage Fe 0,8 % C 17 % Ni.

Ce résultat nous sera utile dans la suite de notre étude sur le revenu de la martensite pour justifier l'allure des courbes de Q^{-1} en fonction de la température obtenues sur ces deux alliages.

En conclusion, les alliages que nous étudions présentent certainement des caractéristiques intéressantes quant aux manifestations anélastiques observées lors de la transformation martensitique, mais la présence de carbone semble apporter une variable supplémentaire difficile à maîtriser. Les résultats obtenus sont comparables à ceux d'autres auteurs ; les différences sont de natures quantitatives. Dans notre étude, nous nous bornons à n'utiliser ces résultats qu'à titre de vérification sur la qualité des étapes qui ont précédé le vieillissement et le revenu de la martensite.

III.2 - PHENOMENES ANELASTIQUES OBSERVES LORS DU VIEILLISSEMENT ET DU REVENU DE LA MARTENSITE

La martensite est une phase très fortement métastable susceptible de voir ses caractéristiques structurales évoluer à des températures faibles, en-dessous de la température ambiante en particulier. C'est cette grande instabilité qui nous a imposé l'étude d'alliages pour lesquels la transformation martensitique s'effectue en-dessous de 0°C. Cette méthode permet d'obtenir une martensite brute de trempe que l'on peut supposer vierge de tout vieillissement. Les modifications que l'on attend sont dans l'ordre croissant des températures :

- l'évolution des configurations des défauts mobiles, c'est-à-dire réarrangement des dislocations, redistribution des interstitiels dans le champ de déformation des dislocations, redistribution des interstitiels due aux fortes interactions carbone-carbone.
- les phénomènes de revenu de la martensite liés à la préprécipitation et à la précipitation du carbure ϵ .
- la formation de cémentite et les phénomènes de précipitation dans l'austénite résiduelle.
- l'évolution des microstructures liées à une précipitation hétérogène.

En choisissant des alliages à température M_s faible, on les préserve certainement des vieillissements incontrôlés mais les microstructures des martensites obtenues ont alors des caractéristiques bien déterminées. Si, comme on peut le prévoir, les microstructures par les défauts qu'elles entraînent (dislocations parfaites ou imparfaites, mâcles) sont responsables des manifestations anélastiques, les résultats que l'on obtient pour les alliages à bas point M_s doivent être comparés à ceux qui sont relatifs à des alliages à températures M_s supérieures à l'ambiante.

A partir des mesures que nous avons effectuées, se dessinent trois domaines de température D_1 , D_2 et D_3 à l'intérieur desquels les variations de frottement intérieur et de module élastique présentent des propriétés caractéristiques. Ces trois domaines sont grossièrement limités par : le point d'ébullition de l'azote ($- 196^\circ\text{C}$), la température ambiante, 130 et 250°C .

Nous allons examiner les résultats expérimentaux acquis dans chacun de ces domaines, ensuite nous discuterons de l'accord de ces résultats avec les modèles déjà existants et éventuellement nous proposerons des interprétations nouvelles.

Les trois domaines D_1 , D_2 et D_3 apparaissent sur la figure III.5.

III.2.1 - Etude anélastique de la martensite au carbone entre $- 196$ et 20°C (domaine D_1)

III.2.1.1 Résultats expérimentaux

Pour des raisons de simplification, nous appelons pic un maximum de la courbe $Q^{-1}(T)$. Ceci peut constituer un abus de langage puisque la plupart des maxima décrits lors de la montée en température disparaissent lors de la descente ou lors d'une montée ultérieure.

Les échantillons des martensites Fe 17 % Ni 0,8 % C et Fe 26 % Ni 0,3 % C, fraîchement formées sont portés de $- 196^\circ\text{C}$ à la température ambiante à une vitesse voisine de $150^\circ\text{C}/\text{heure}$ (figure III.6). On observe en général trois maxima ou épaulements M_1 , M_2 , M_3 qui se présentent comme suit :

- un épaulement vers $- 130^\circ\text{C}$ (M_1)
- un pic vers $- 60^\circ\text{C}$ (M_2)
- un deuxième pic vers $- 20^\circ\text{C}$ (M_3)

L'apparition des pics M_2 et M_3 est accompagnée d'une anomalie de la période qui correspond à une anomalie du module dynamique de cisaillement.

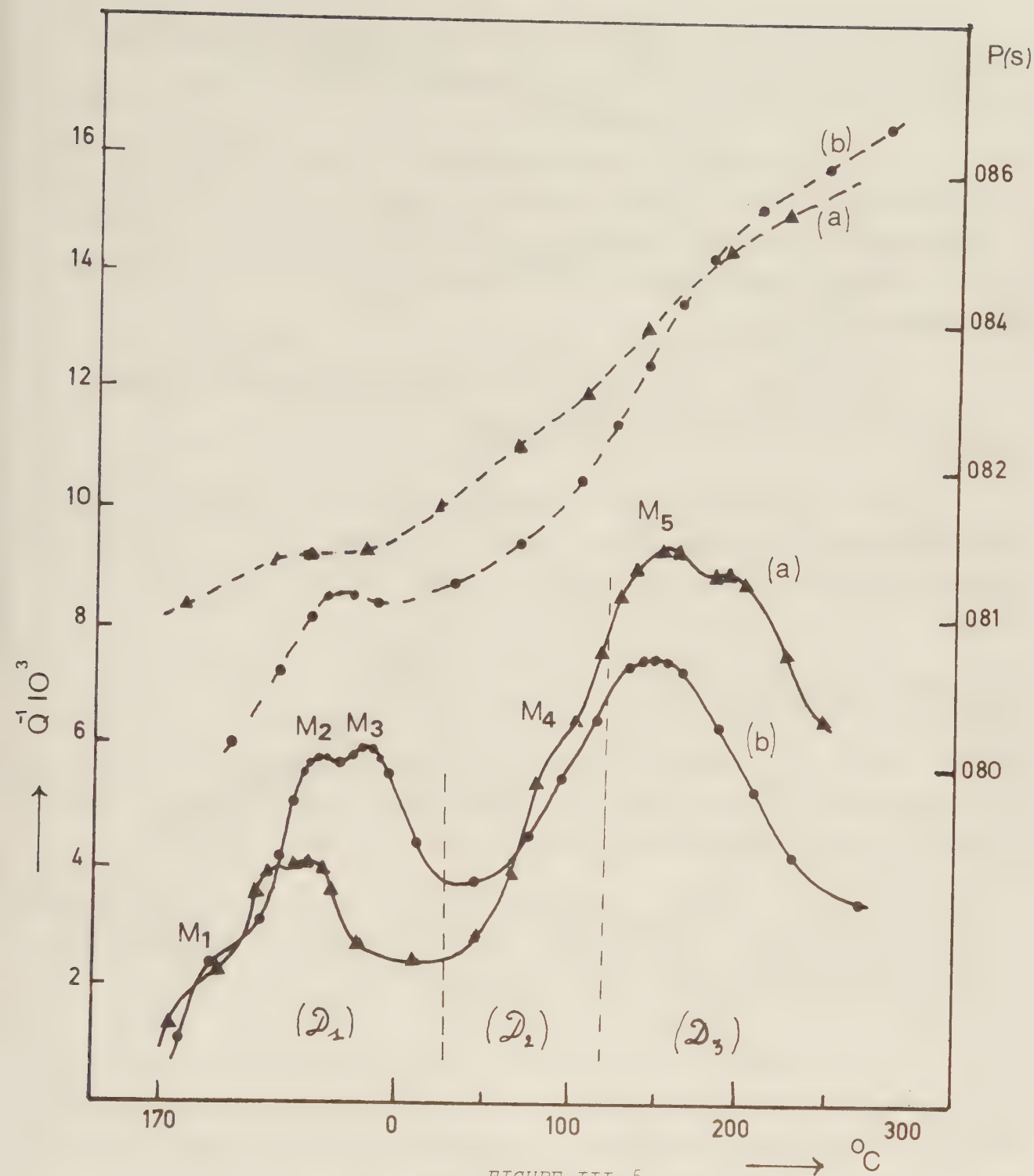


FIGURE III. 5

Courbes de frottement intérieur Q^{-1} et de la période d'oscillation en fonction de la température obtenues sur des alliages martensites fraîchement trempés à l'azote liquide

- (a) Fe 17 % Ni 0,8 % C
(b) Fe 26 % Ni 0,3 % C

Ce module de cisaillement, comme on le sait, est pratiquement proportionnel à l'inverse du carré de la période d'oscillation P : $G = k P^{-2}$.

Les figures III.5 et III.6 montrent que la période diminue à partir de la température du pic M_2 et ne recommence à augmenter qu'à la "fin" du pic M_3 ; ceci correspond donc à une augmentation du module dynamique de cisaillement. C'est cette restauration du module qui distingue le domaine Q_1 des autres domaines D_2 et D_3 .

Il faut noter que l'apparition de la bosse M_2 n'entraîne aucune variation "anormale" détectable de la période.

Afin de bien étudier ces phénomènes anélastiques, nous allons présenter séparément les influences des facteurs suivants : teneur en carbone, fréquence, amplitude, cycles thermiques et écrouissage sur les pics M_1 , M_2 et M_3 .

Influence de la teneur en carbone

Nous avons effectué la mesure du frottement intérieur en fonction de la température croissante sur des alliages FeNiC ayant différentes compositions. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.6.

Pour l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C, nous avons observé l'épaulement M_1 vers -130°C et vers -60°C et -20°C les deux pics M_2 , M_3 voisins l'un de l'autre. M_2 et M_3 sont d'importances comparables ($Q_{\text{max}}^{-1} \sim 6.10^{-3}$).

Pour l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C il ne reste que deux maxima : la bosse M_1 à -140°C et un pic situé vers -80°C . Ce pic est moins important que les pics M_2 ou M_3 observés dans l'alliage contenant 0,3 % C : sa hauteur est de l'ordre de 4.10^{-3} par rapport à la valeur 6.10^{-3} de M_2 et M_3 dans Fe 26 % Ni 0,3 % C.

Enfin, pour l'alliage FeNi contenant moins que 0,004 % C, un seul pic a été observé vers -100°C (figure III.7). Ce pic est vraisemblablement le pic M_1 des alliages FeNiC car aucune anomalie de période n'est constatée

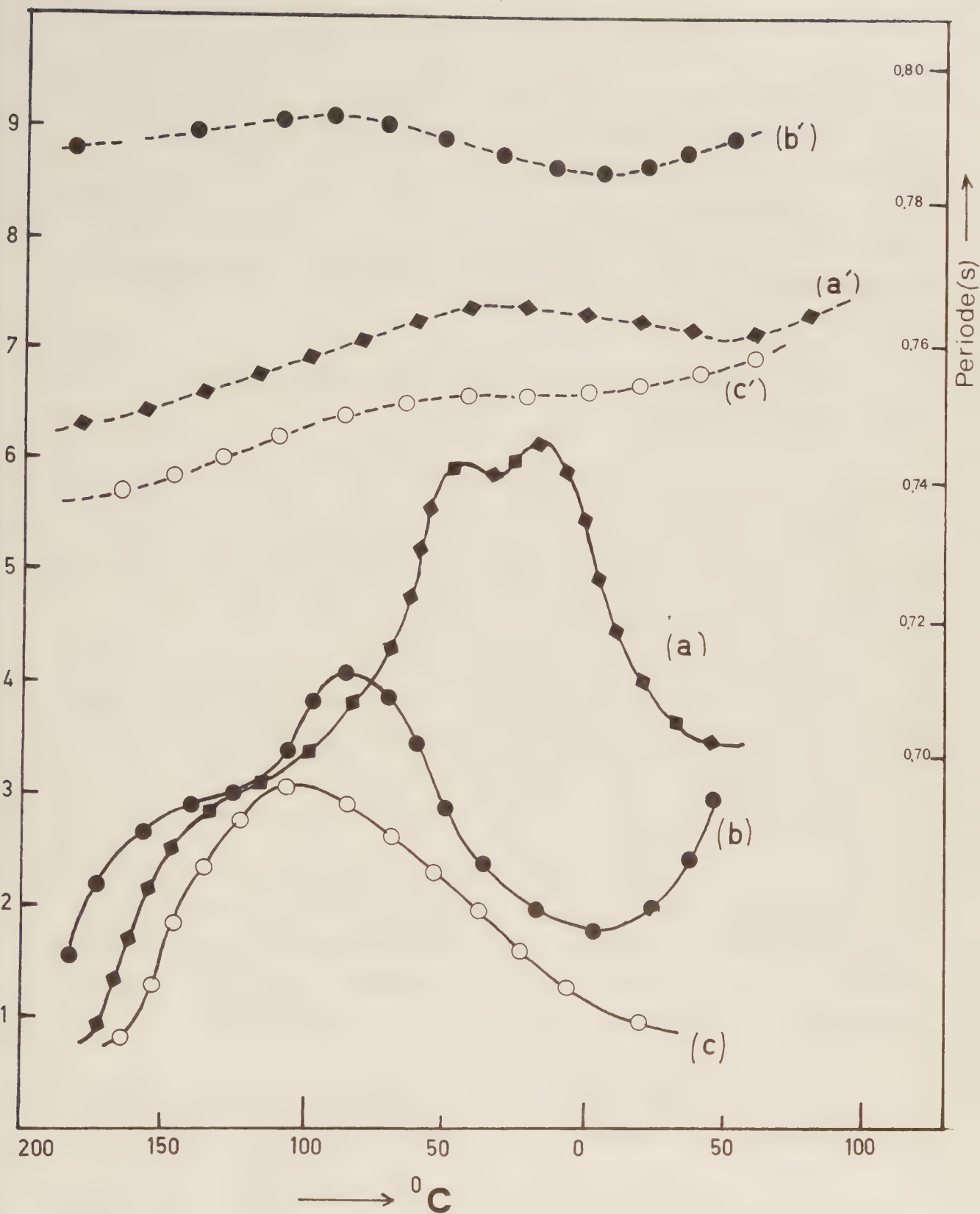


FIGURE III.6

Variations du frottement intérieur Q^{-1} et de la période d'oscillation P en fonction de la température de différentes martensites :

(a) Fe 26 % Ni 0,3 % C

(b) Fe 17 % Ni 0,8 % C

(c) Fe 30 % Ni

lors de l'augmentation de Q^{-1} . L'absence des pics M_2 et M_3 dans cet alliage semble indiquer que l'apparition de M_2 et M_3 n'est possible qu'en présence de carbone. Une mesure de frottement intérieur sur un alliage Fe 30 % Ni C $\leq$ 0,1 % (composition à l'élaboration) confirme les remarques précédentes : la courbe $Q^{-1}(T)$ (figure III.7) présente, à côté du pic à - 100 C (M_1) un petit maximum vers 13°C (M_2 ou M_3) accompagné d'une légère diminution relative de la période.

Les résultats correspondant aux trois alliages cités sont résumés dans le tableau suivant :

Alliage	M_1		M_2		M_3	
	T_P° °C	Q_{max}^{-1}	T_P° °C	Q_{max}^{-1}	T_P° °C	Q_{max}^{-1}
Fe 17 % Ni 0,8 % C	- 140 à -150	3.10^{-3}	- 84	4.10^{-3}		
Fe 26 % Ni 0,3 % C	- 130 à -140	4.10^{-3}	- 54	6.10^{-3}	- 24	6.10^{-3}
Fe 30 % Ni ($\leq$ 0,04 %C)	- 110	3.10^{-3}	-	-	-	-

Les valeurs données dans ce tableau sont des valeurs moyennes obtenues à partir de plusieurs expériences sur au moins trois échantillons tirés des lingots correspondant aux différentes nuances. La dispersion des résultats d'un échantillon à l'autre est cependant importante et limite certainement les conclusions tirées des valeurs quantitatives.

Pour l'influence de la teneur en carbone sur les phénomènes anélastiques observés, nous retenons les points suivants :

1 - L'apparition des pics M_2 et M_3 est directement conditionnée par les concentrations en carbone. Ces pics sont distincts pour l'alliage contenant 0,3 % C. Par contre, quand la teneur en carbone augmente, un seul pic est observé.

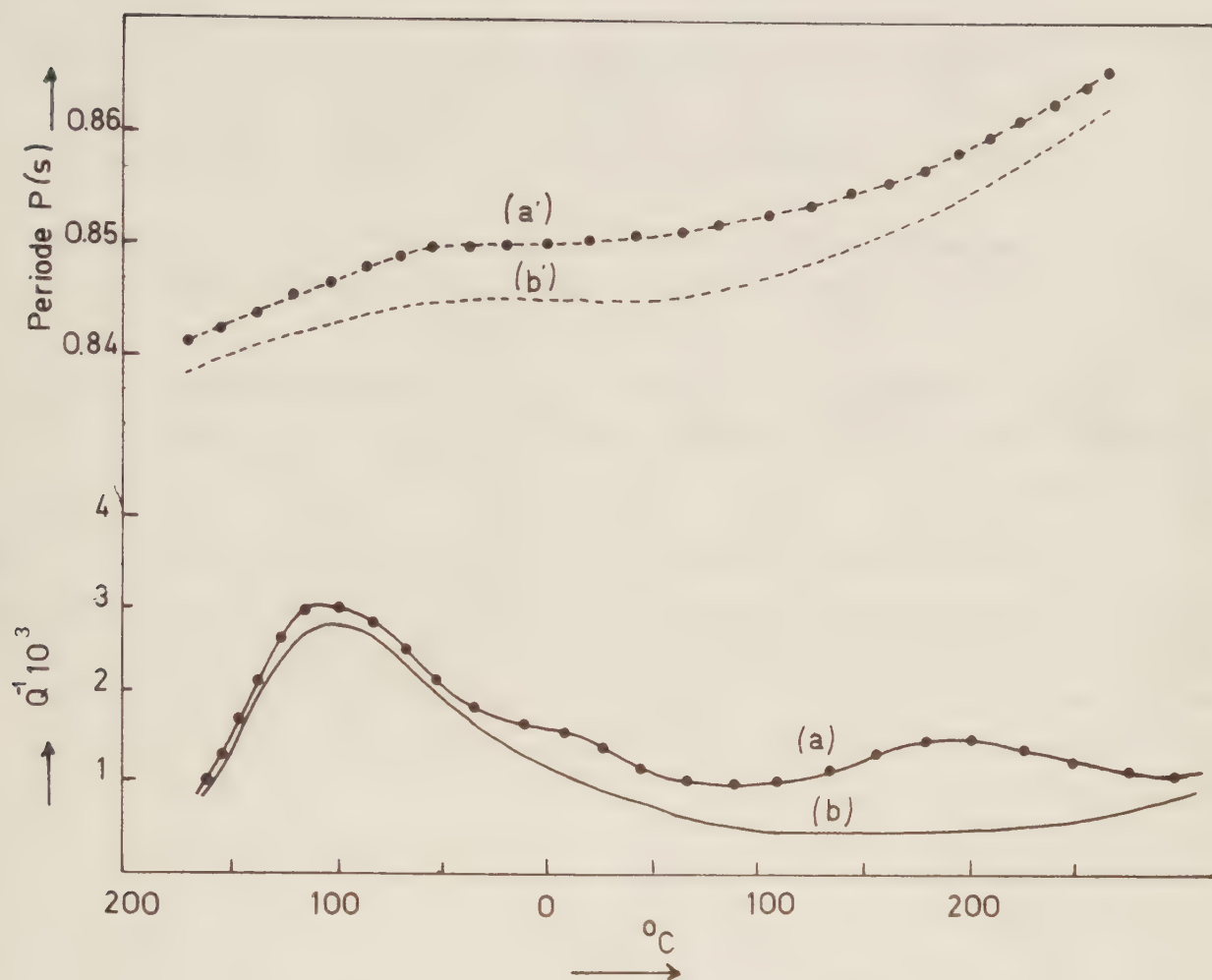


FIGURE III.7

Variations du frottement intérieur (a,b) et de la période (a', b') d'oscillation des échantillons Fe 30% en fonction de la température.

- (a) Fe 30 % Ni (% C < 0,1 %)
 (b) Fe 30 % Ni (% C ≤ 0,04 %).

2 - L'importance de l'intensité de relaxation n'est pas une fonction monotone de la teneur en carbone :

- la présence de carbone est nécessaire à l'apparition des pics M_2 et M_3 .
- l'augmentation de la concentration en carbone de 0,3 à 0,8 % a pour effet de diminuer l'intensité du frottement intérieur et également de baisser la température d'apparition des pics T_p .

3 - De deux échantillons contenant 0,8 et 0,3 % C, la restauration du module est la plus importante pour l'alliage le moins riche en carbone.

4 - L'épaulement M_1 n'est pas lié à la présence de carbone car il existe également pour l'alliage FeNi dépourvu de carbone (ou contenant très peu de carbone).

L'ensemble de ces résultats met en évidence le rôle joué par le carbone. Vraisemblablement, le carbone en interstitiel peut interagir avec les dislocations créées lors de la transformation martensitique. Cependant, d'autres défauts ponctuels : hydrogène, lacunes sont également présents en concentrations beaucoup plus faibles et inconnues et peuvent compliquer l'interprétation des phénomènes observés.

Influence de la fréquence d'oscillation

Nous avons rapporté sur la figure III.8 les courbes de variation du frottement intérieur avec la température $Q^{-1}(T)$ pour l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C à deux fréquences différentes : $\sim 1,3$ Hz et 0,6 Hz.

Apparemment, cette variation de fréquence n'affecte guère la position des pics M_1 , M_2 , M_3 . Bien que la variation de fréquence autorisée par notre montage n'en fournisse pas une preuve très convaincante, le résultat précédent est en accord avec ceux d'autres auteurs sur des alliages FeNiC comparables à ceux que nous utilisons : Conophagos et Carrard (4 à 8) ont observé pour ces alliages un pic de frottement intérieur vers -55°C (218°K) pour des fréquences de 80 et 392 Hz.

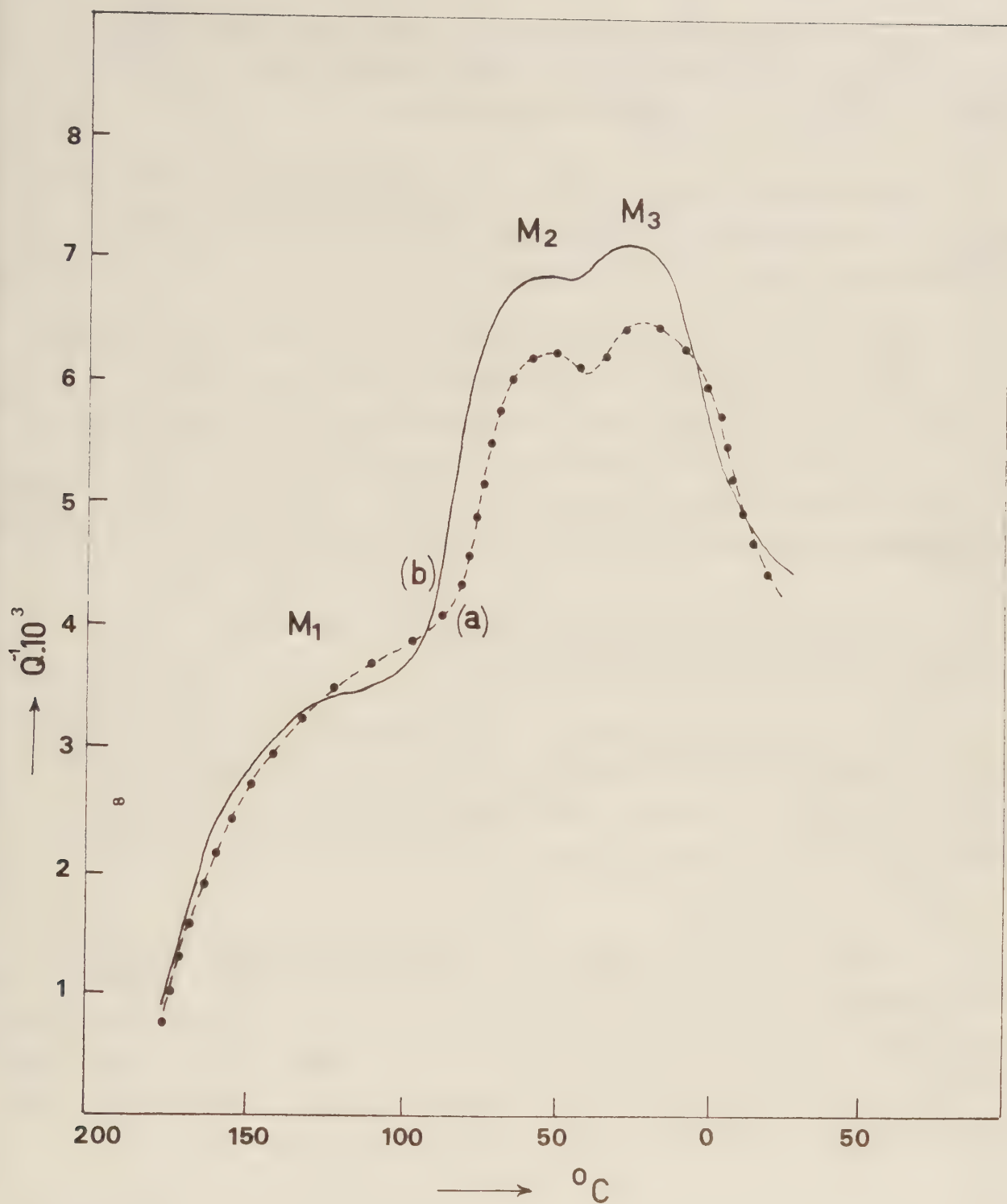


FIGURE III.8

Influence de la fréquence sur les courbes Q^{-1} (T°) de la martensite Fe 26 % Ni 0,3 % C.

- (a) fréquence d'oscillation $\simeq 1,35$ Hz
 (b) fréquence d'oscillation $\simeq 0,6$ Hz

Sur les courbes $Q^{-1}(T)$ (*figure III.8*), nous avons remarqué une nette augmentation de l'intensité du frottement intérieur quand la fréquence diminue : l'ensemble des pics semble translaté vers les Q^{-1} croissants.

Les résultats obtenus en faisant varier la fréquence d'oscillation montrent que les phénomènes anélastiques observés dépendent du temps mais ils ne semblent pas être activés thermiquement.

Comme nous le verrons au cours du paragraphe suivant, le frottement intérieur dépend de l'amplitude de la déformation, une explication de l'évolution de $Q^{-1}(T)$ dans les expériences précédentes par un effet d'amplitude n'est pas exclue. En effet, le changement de fréquence étant obtenu par une modification des dimensions de l'échantillon (de $1 \times 5 \times 70 \text{ mm}^3$ à $0,7 \times 3 \times 70 \text{ mm}^3$) les expériences précédentes n'ont pas été effectuées à champ de déformation constant.

Influence de la loi de montée en température

Les pics M_1 , M_2 et M_3 sont caractérisés par leur instabilité. Une montée en température jusqu'à l'ambiante suffit en général à faire disparaître M_1 , M_2 , M_3 lors des montées en température ultérieures. La *figure III.9* illustre ce résultat. Le niveau du frottement intérieur tombe alors de 7.10^{-3} à $0,4.10^{-3}$.

La variation de la vitesse de montée en température $\frac{dT}{dt}$ entraîne un léger déplacement des pics M_2 , M_3 et modifie leur hauteur. Ainsi, (*figure III.10*) à une vitesse de montée de l'ordre de 120°C/h. et pour l'alliage Fe 26 %Ni 0,3%C nous avons obtenu deux pics M_2 et M_3 vers -64°C et -30°C avec une valeur $Q_{\text{max.}}^{-1}$ de l'ordre de 6.10^{-3} , tandis que pour une vitesse de 150°C/h. , ces deux pics se trouvent vers -54°C et -22°C avec des $Q_{\text{max.}}^{-1}$ d'environ $6,5.10^{-3}$ à 7.10^{-3} .

Aux erreurs sur la vitesse de montée près, on constate donc qu'une augmentation de la vitesse de montée entraîne une augmentation du frottement intérieur et de la température d'apparition des pics M_2 , M_3 .

Quant à la bosse M_1 , sa forme semble, elle aussi liée étroitement à la loi de montée en température. En effet, nous avons constaté que la vitesse

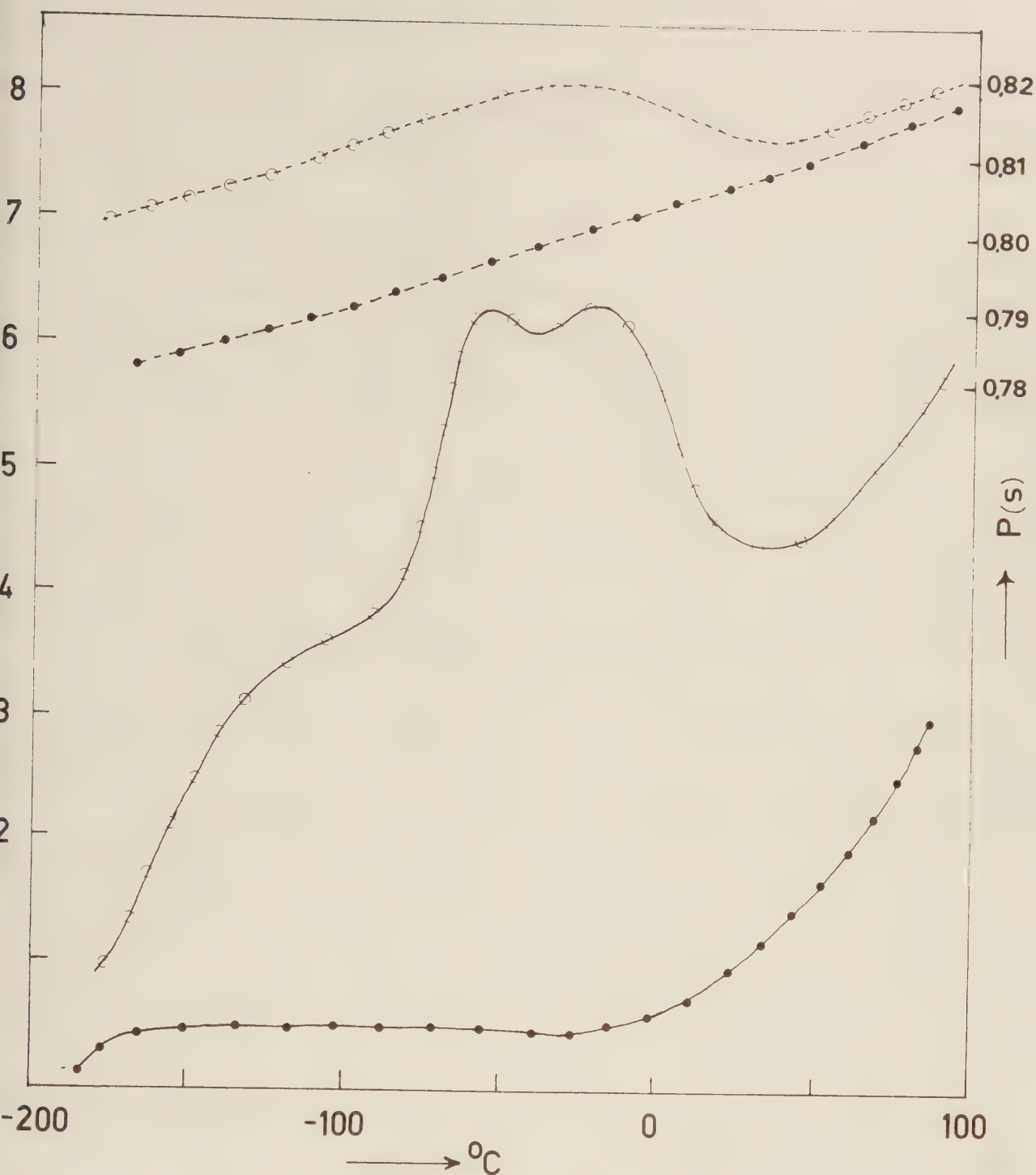


FIGURE III.9

Recuit de la courbe de variation de frottement intérieur en fonction de la température. Alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C.

(1) : Q^{-1} (T) lors de la première montée en température jusqu'à 160°C

(2) : Q^{-1} (T) deuxième montée.

P (1), P (2) sont les courbes de variations de la période avec la température lors de ces montées.

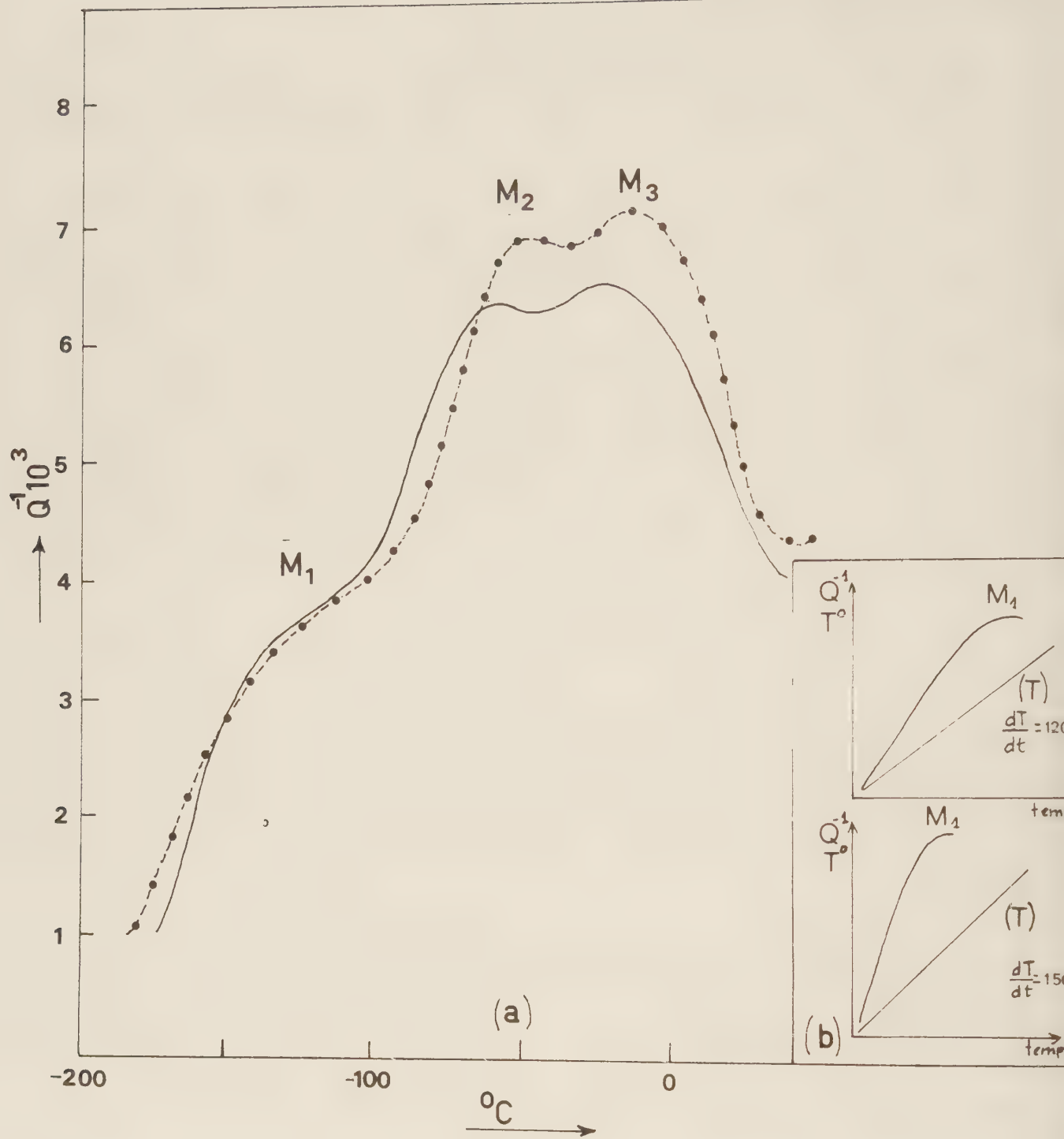


FIGURE III.10

(a) Evolution de la courbe $Q^{-1}(T)$ avec la vitesse de montée linéaire en température. Martensite Fe 26 % Ni 0,3 % C.

(1) : $\frac{dT}{dt} = 120^{\circ}\text{C/h}$

(2) : $\frac{dT}{dt} = 150^{\circ}\text{C/h}$

(b) Corrélation entre $\frac{dQ^{-1}}{dt}$ et $\frac{dT}{dt}$ dans le domaine d'apparition de M_1

de frottement intérieur avec le temps, $\frac{dQ}{dt}^{-1}$, est directement liée à la vitesse de montée en température $\frac{dT}{dt}$ (*figure III.10*) dans le domaine d'apparition de M_1 .

Cette remarque peut suggérer que M_1 soit surtout dû à l'évolution de la température. Cette hypothèse semble consolidée par une petite augmentation du niveau de Q^{-1} juste au début de la deuxième montée en température à partir de -196°C observée pour certaines éprouvettes (*figure III.9*), les pics M_2 , M_3 étant absents lors de cette deuxième montée.

Afin de bien étudier l'effet de la montée en température sur chacun des maxima M_1 , M_2 et M_3 , nous avons réalisé une expérience qui comprend quatre étapes sur une éprouvette martensitique fraîchement formée :

- 1ère étape : chauffage de -196 à -120°C (température légèrement supérieure à celle de M_1)
- 2ème étape : chauffage de -196 à -50°C (température légèrement supérieure à celle de M_2)
- 3ème étape : chauffage de -196°C jusqu'à la température légèrement supérieure à celle de M_3 (-20°C)
- 4ème étape : chauffage de -196 à 200°C .

Entre chaque étape, l'échantillon est refroidi rapidement à l'azote liquide. Les résultats obtenus sur l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C sont rassemblés sur la *figure III.11*.

Nous constatons que :

- lors de la première montée, le frottement intérieur augmente rapidement avec la température (*figure III.11 (1)*) et se stabilise vers -160°C : la bosse M_1 apparaît.

Durant cette étape, la période augmente de façon monotone avec les températures croissantes : il n'y a pas d'"anomalie" du module dynamique de cisaillement.

- deuxième montée en température (*figure III.11 (2)*) : la bosse M_1 disparaît mais le frottement intérieur augmente avec la température pour donner naissance au pic M_2 vers -60°C .

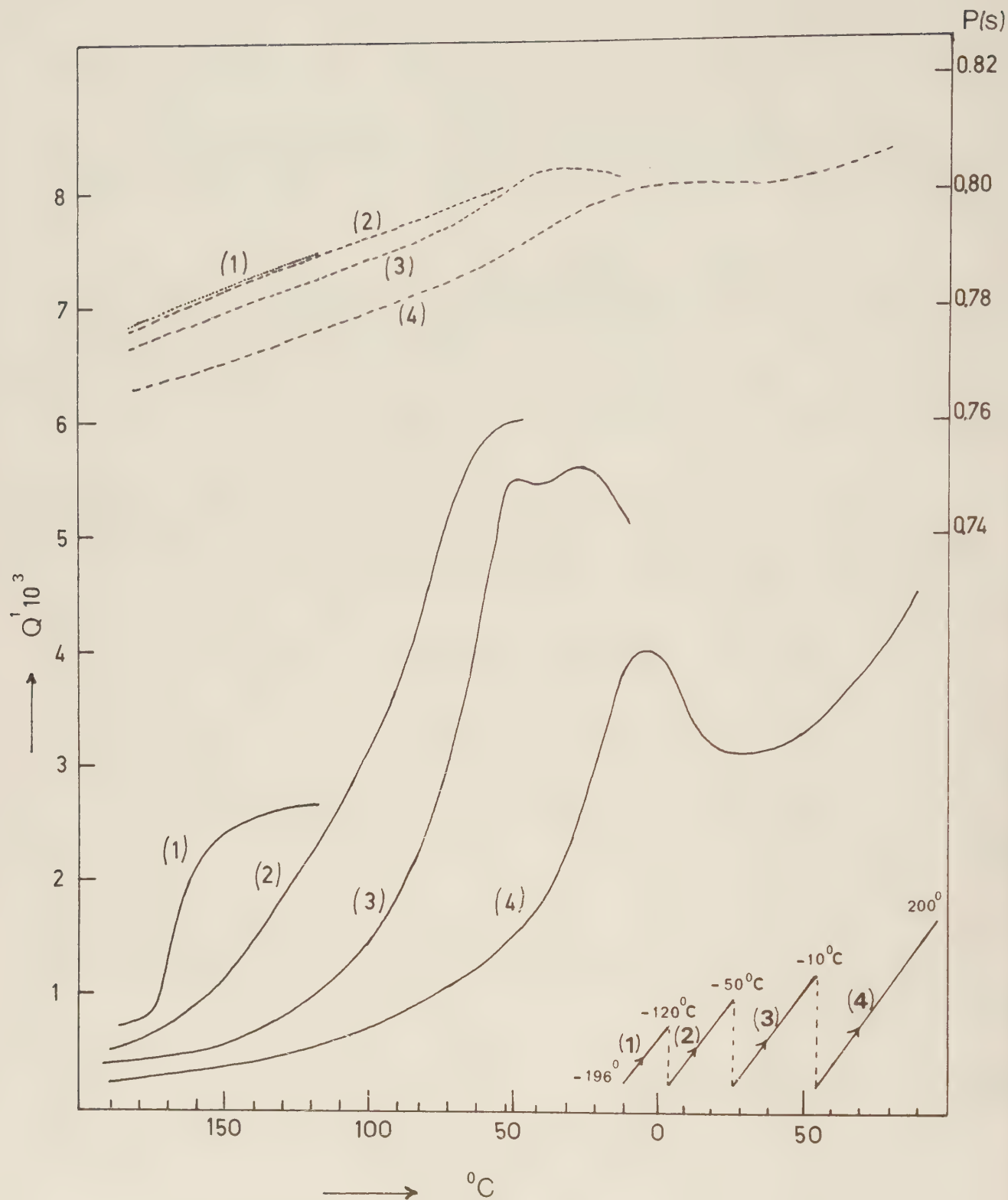


FIGURE III.11

Influence des montées en température interrompues sur les courbes de variation du frottement intérieur Q^{-1} et de la période P (courbes pointillées) en fonction de la température.

- (1) : montée linéaire de - 196 $^{\circ}C$ jusqu'à - 120 $^{\circ}C$.
- (2) : " " de - 196 $^{\circ}C$ jusqu'à - 50 $^{\circ}C$.
- (3) : " " de - 196 $^{\circ}C$ jusqu'à - 10 $^{\circ}C$.
- (4) : " " de - 196 $^{\circ}C$ jusqu'à 200 $^{\circ}C$.

Alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C.

Au cours de cette étape, la courbe de variation de période se superpose pratiquement à celle de la première étape. Ceci concorde avec le fait que l'apparition de M_1 n'entraîne aucune anomalie de période mesurable. La disparition de M_1 n'a donc aucun effet sur la variation de P.

- 3ème étape (*figure III.11 (3)*) : la bosse M_1 a complètement disparu. Q^{-1} augmente toujours avec la température mais reste inférieur au niveau atteint lors de la montée précédente. Le pic M_2 se recuit. De M_2 , il ne reste qu'un petit maximum qui précède le pic M_3 dont la hauteur ($\sim 5,5 \cdot 10^{-3}$) est inférieure au niveau maximum obtenu précédemment ($\sim 6 \cdot 10^{-3}$). Ce résultat semble indiquer que le pic M_3 n'est pas tout à fait indépendant des cycles thermiques effectués en-dessous de sa température d'apparition ($\sim -25^\circ\text{C}$).

Quant à la courbe de variation de la période avec la température, elle est au-dessous des courbes des étapes précédentes (1ère et 2ème). Elle augmente presque linéairement jusqu'à -80°C ; après cette température, sa pente augmente légèrement pour commencer à diminuer au moment d'apparition des pics M_2 et M_3 . Cette diminution de période très nette vers -50°C correspond à une restauration du module de cisaillement qui est vraisemblablement la conséquence d'un piégeage des défauts mobiles responsables de l'augmentation du frottement intérieur. Cette caractéristique doit être prise en compte dans l'interprétation des résultats.

- quatrième étape (*figure III.11 (4)*) : le frottement intérieur reste faible de -196 à -80°C . Les pics M_2 (-60°C) et M_3 (-25°C) ont disparu. Par contre, apparaît un petit pic M' au voisinage de la température d'arrêt de la montée précédente (-10°C). Ce pic, lui aussi, est accompagné d'une décroissance de la période d'oscillation. Tout se passe comme si l'ensemble des courbes $Q^{-1}(T)$ et $P(T)$ était déplacé vers les températures élevées.

A partir de 40°C , la période augmente à nouveau presque linéairement, cette température correspond également à un minimum de la courbe $Q^{-1}(T)$: les pics à moyenne et à hautes températures s'annoncent.

Les résultats de l'expérience précédente montrent que :

- la nature du "pic" M_1 est différente de celle des pics M_2 , M_3 qui eux, semblent de même nature.
- les pics M_2 et M_3 sont liés à un ou plusieurs phénomènes anélastiques irréversibles et continus qui se manifestent dans un domaine de température étendu. Une interruption de la montée en température suivi d'une nouvelle montée fait apparaître un pic M' au voisinage de la température d'arrêt.
- l'apparition des pics M_2 , M_3 est liée à un phénomène de piégeage des défauts mobiles.

Afin de compléter ces résultats, nous avons réalisé des mesures isothermes du frottement intérieur et de la période d'oscillation sur une éprouvette martensitique de l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C (*figure III.12*).

Après la trempe, l'échantillon de martensite fraîche est porté rapidement ($\sim 300^\circ\text{C}/\text{heure}$) de la température de l'azote liquide à -120°C . Au cours d'un maintien de 45 minutes à cette température sont enregistrés Q^{-1} et P. On constate qu'après l'augmentation qui accompagne la montée en température, le frottement intérieur diminue au cours du maintien isotherme vraisemblablement suivant une loi puissance At^n . L'incertitude sur le temps de commencement réel du maintien isotherme et la grande sensibilité du frottement intérieur à une variation même très petite de la température, interdit pour l'instant cependant une détermination précise de n.

Toutefois, on remarque à la précision des mesures près, que la période reste constante tout au long du maintien à -120°C . Ceci confirme un résultat déjà obtenu : l'apparition ainsi que la disparition de l'épaulement M_1 n'influencent pas la variation de la période.

Sur cette même éprouvette, après le maintien à -120°C , nous avons effectué les mesures isothermes du frottement intérieur à -66°C (*figure III.12*) : Q^{-1} diminue rapidement avec le temps de maintien comme précédemment mais cette fois-ci, la période P, elle aussi, diminue.

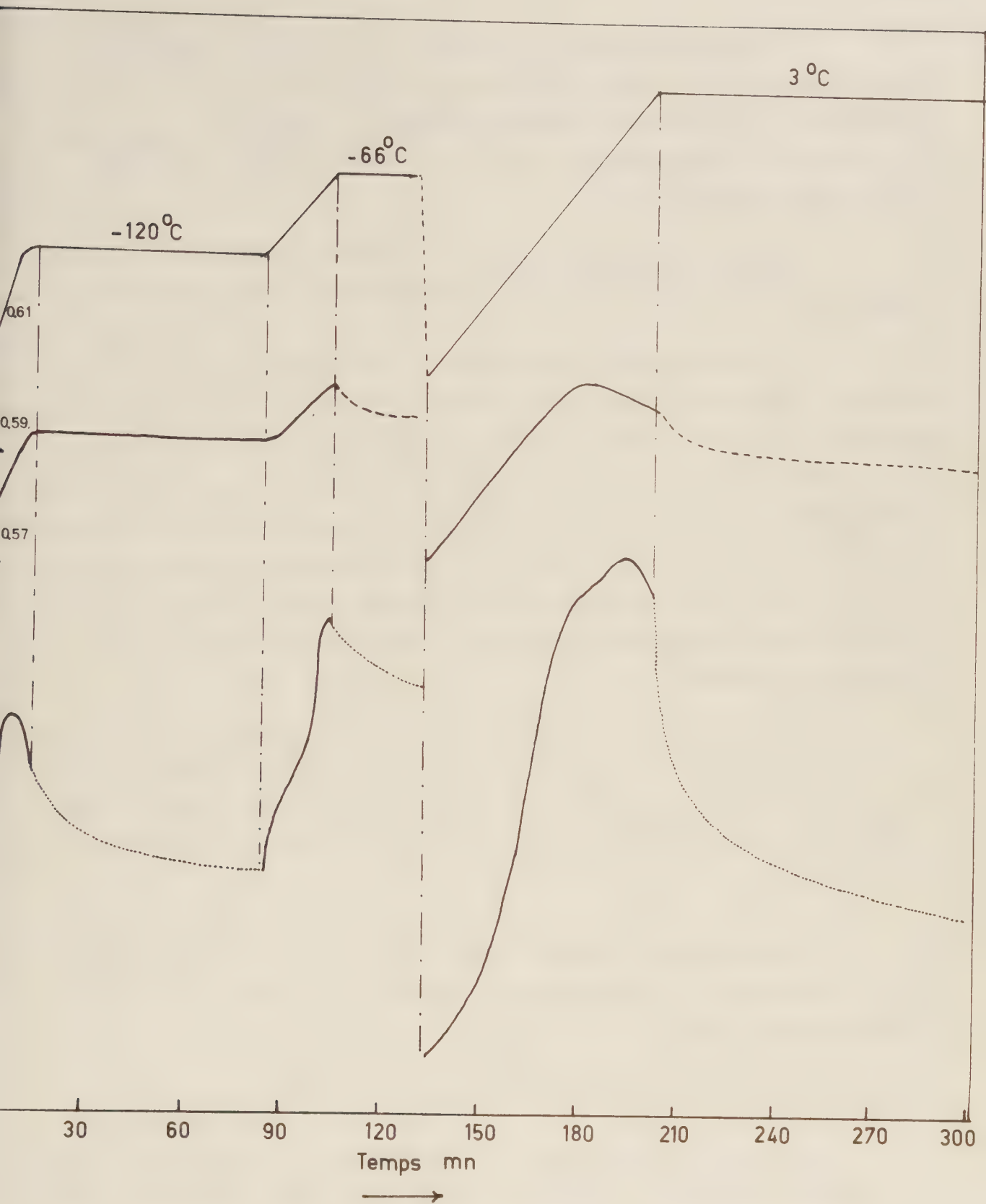


FIGURE III.12

Variations de Q^{-1} et de la période P au cours des maintiens isothermes de la martensite Fe 26 % Ni 0,3 % C fraîchement trempée.

- (1) : maintien à -120°C
- (2) : maintien à -66°C
- (3) : maintien à -3°C .

Un troisième maintien à 3°C (*figure III.12*) entraîne également des diminutions de Q^{-1} et de P. Dans ce cas la décroissance de Q^{-1} est plus importante et plus rapide que celle qui accompagne le maintien à - 66°C. La température de maintien a donc une influence non négligeable sur la cinétique de vieillissement.

L'ensemble des mesures isothermes effectuées confirment à nouveau la différence entre les natures de M_1 d'une part et de M_2 , M_3 d'autre part.

Nous avons signalé l'apparition d'un pic baptisé M' lors d'une montée en température précédée d'un chauffage interrompu à une température légèrement supérieure à celle du pic M_2 . La température de M' semble liée à cette température d'arrêt. Afin d'éclaircir ce point, nous avons réalisé des expériences dans lesquelles nous avons fait varier les températures d'arrêt sur différentes éprouvettes de l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C. Les résultats illustrés par la *figure III.13* montrent que : la température d'apparition du pic "résiduel" M' est bien fonction de la température d'arrêt lors du précédent chauffage : une température d'arrêt élevée repousse ce pic vers les températures élevées.

La courbe (c) de la *figure III.13* montre l'effet du temps de maintien sur la position de M' : un long maintien isotherme déplace M' vers les hautes températures. C'est ainsi qu'un maintien de 11 heures à 3°C conduit au même effet qu'un arrêt de chauffage à 20°C : les pics M' respectifs se trouvent vers 40 - 50°C.

L'ensemble des résultats obtenus met en évidence les rôles joués par la température et le temps dans la dissipation d'énergie observée à basses températures dans les martensites.

Influence de l'amplitude de déformation

L'effet du vieillissement sur le frottement intérieur prouvé dans le paragraphe précédent interdit pour l'instant, du moins pour notre installation, la mesure de l'influence de sauts d'amplitude sur le frottement intérieur dans les conditions isothermes. En effet, une dizaine de minutes nécessaires à un tel changement d'amplitude suffisent à réduire considérablement Q^{-1} .

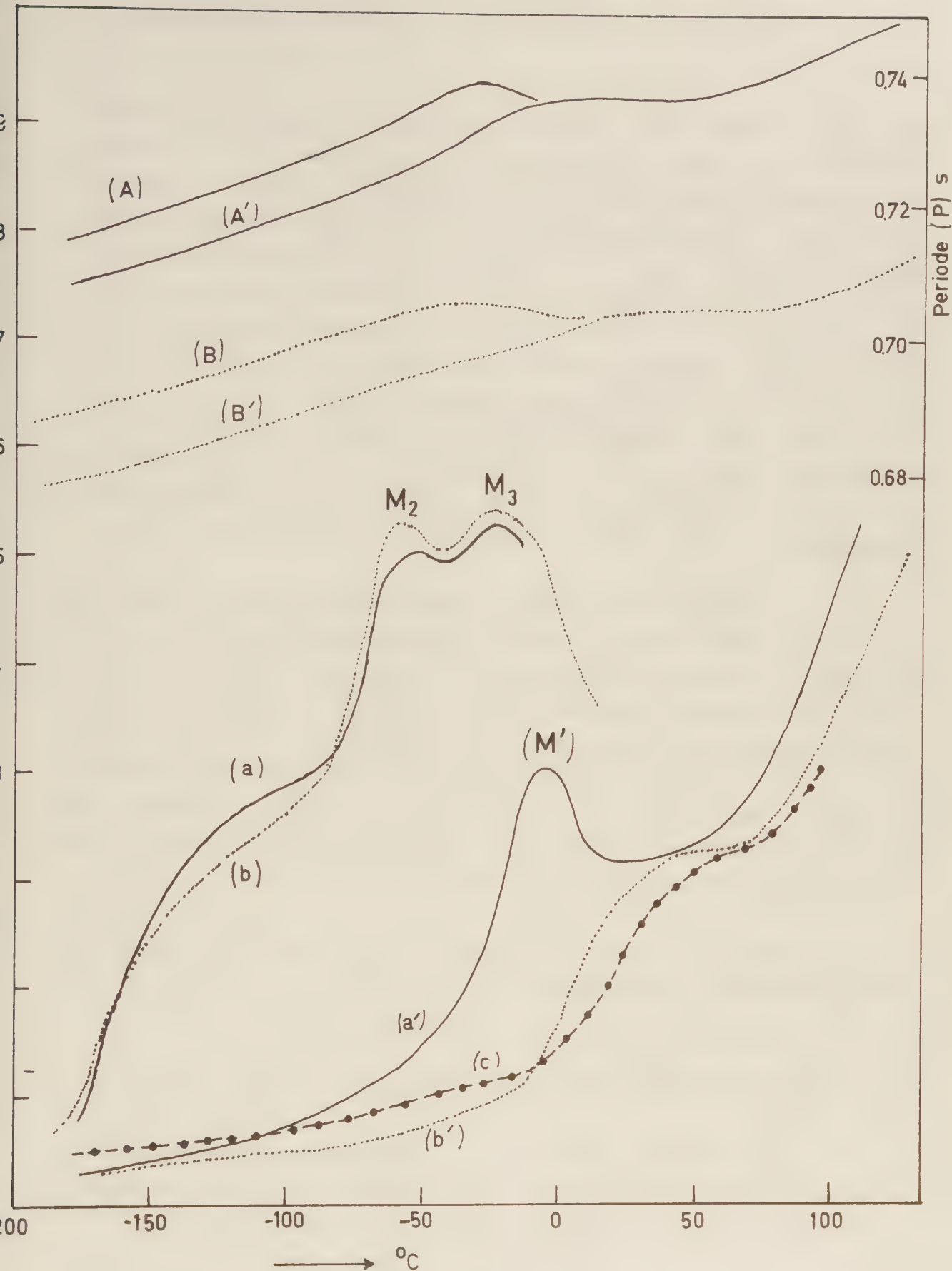


FIGURE III.13

Influence de la température d'arrêt de chauffage sur l'apparition du pic résiduel M' lors de la deuxième montée en température. Alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C.

(a,A) : Température d'arrêt - 170°C.

(b,B) : " " + 20°C.

(c) : Echantillon ayant subi un maintien à 3°C pendant 11 h

Ceci nous a conduit, pour l'étude de l'influence de l'amplitude de déformation sur le frottement intérieur, à tracer deux courbes Q^{-1} en fonction de la température pour deux amplitudes différentes. Le résultat présenté sur la figure III.14 montre que la variation relative du frottement intérieur n'est pas une fonction monotone de l'amplitude de déformation. Une augmentation de la déformation conduit à un déplacement des pics vers les basses températures : lorsque l'amplitude de déformation passe de $4,5 \cdot 10^{-4}$ à $8 \cdot 10^{-4}$ (valeurs moyennes calculées sur un échantillon filiforme de diamètre 2 mm), les pics M_2 , M_3 sont translatés d'environ 10°C vers les basses températures. Pour la variation d'amplitude considérée, la reproductibilité des résultats assure la validité de l'expérience. L'estimation du déplacement de la bosse M_1 est rendue délicate par sa forme même ; apparemment, ce déplacement semble s'effectuer dans le même sens que celui des pics M_2 et M_3 .

Les hauteurs des pics M_2 , M_3 , aux erreurs de mesures près, n'ont pas beaucoup changé lorsque l'amplitude de déformation varie de $4,5$ à $8 \cdot 10^{-4}$. Apparemment, des mesures isothermes de l'influence de l'amplitude de déformation sur le niveau de frottement intérieur auraient pu conduire à des résultats contradictoires selon que les températures sont avant ou après les maxima M_2 et M_3 . En fait, la comparaison de nos mesures avec des mesures isothermes doit tenir compte des cycles thermiques subis par les échantillons en particulier de la loi de montée en température depuis la température de l'azote liquide à la température de mesure.

Pour M_1 , on constate une diminution du frottement intérieur quand l'amplitude de déformation augmente (figure III.14) :

$$Q_M^{-1} \simeq 3,5 \cdot 10^{-3} \text{ pour } \epsilon_m = 4,5 \cdot 10^{-4}$$

$$Q_M^{-1} \simeq 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ pour } \epsilon_m = 8 \cdot 10^{-4}$$

Cette variation apparente n'est peut être pas intégralement due au mécanisme responsable de M_1 . Il sera nécessaire d'effectuer une étude plus détaillée sur des échantillons dépourvus de carbone.

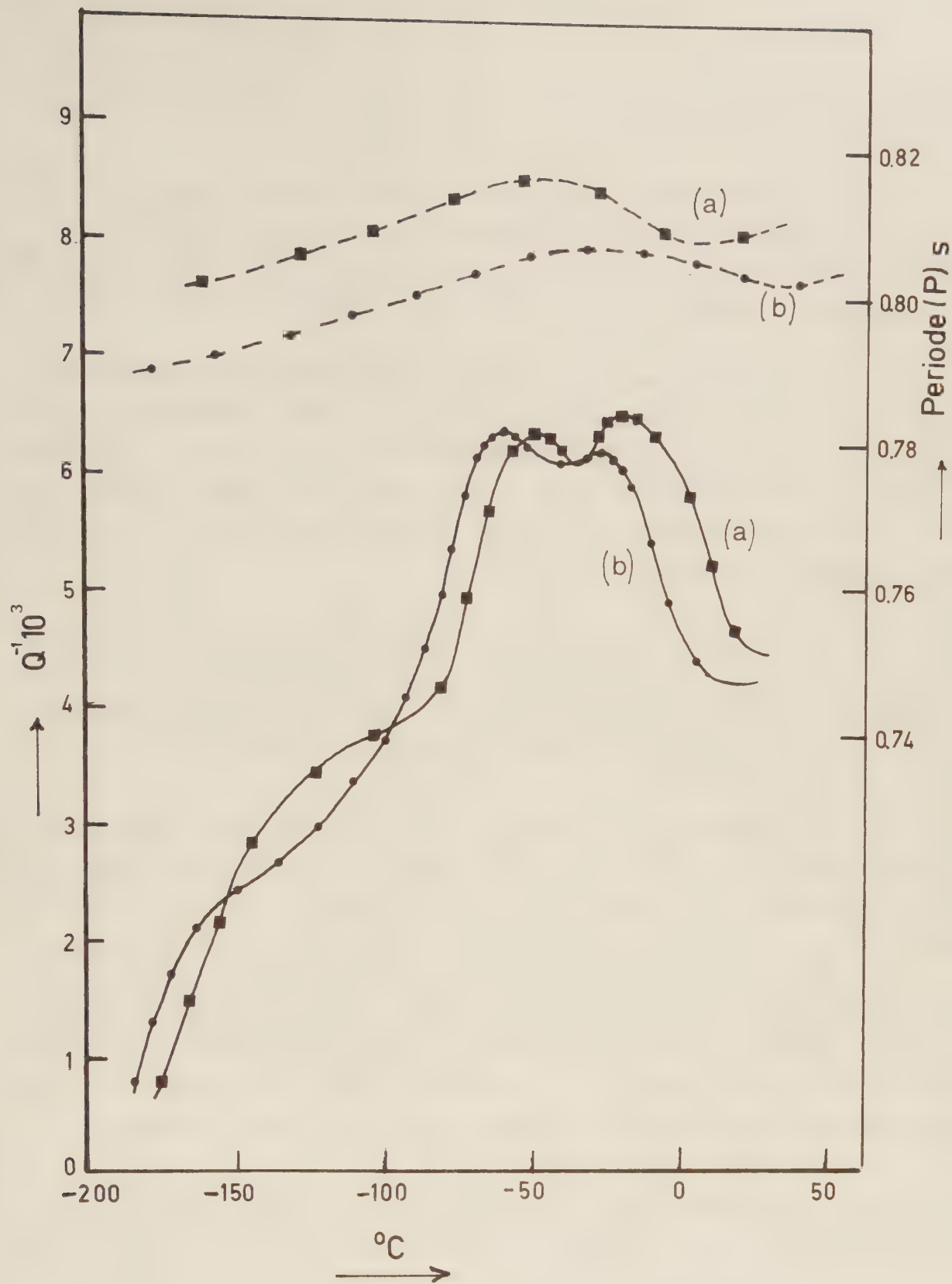


FIGURE III. 14

Influence de l'amplitude de déformation sur la variation de Q^{-1} en fonction de la température. Alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C

(a) $\epsilon_m \sim 4,5 \cdot 10^{-4}$

(b) $\epsilon_m \sim 8 \cdot 10^{-4}$

L'importance de la restauration du module observé après M_2 et M_3 indique que les défauts mobiles piégés sont peut être des dislocations. Cette remarque suggère l'étude de l'effet de l'écrouissage sur les variations du frottement intérieur et de la période d'oscillation.

L'écrouissage permet de créer des dislocations ainsi que des défauts ponctuels. Par conséquent, son effet sur le module dynamique de cisaillement est considérable ; nous avons utilisé cette propriété pour contrôler le degré d'écrouissage effectué par torsion. Dans notre étude, l'importance de l'écrouissage est ainsi vérifiée par la variation relative de la période avant et après écrouissage.

L'écrouissage par torsion peut, grâce à un dispositif monté sur le pendule, s'effectuer à la température de l'azote liquide (-196°C). A cette température, l'opération n'est cependant pas toujours réussie à cause de la dureté et de la fragilité des échantillons martensitiques.

Une éprouvette de l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C ayant subi une montée en température de -196°C jusqu'à 20°C , écrouie à la température ambiante puis refroidie aussitôt à la température de l'azote liquide, fournit le résultat suivant :

- La courbe $Q^{-1}(T)$ enregistrée depuis -196°C ne présente aucun pic (*figure III.15 (3)*) ; le niveau du frottement intérieur est aussi faible que celui des éprouvettes non écrouies lors d'une deuxième montée en température. Un écrouissage effectué à la température ambiante n'a donc aucun effet mesurable sur l'évolution du frottement intérieur à basse température.

- Après écrouissage à 20°C , la période d'oscillation quant à elle a augmenté d'environ 2 % (ce qui correspond à une diminution de 4 % du module de cisaillement). Lors de la montée en température depuis -196°C , la période commence par augmenter puis diminue ensuite vers -80°C (*figure III.15 (3)*). Comme précédemment, cette diminution s'explique par un piégeage des défauts mobiles. Seulement, cette fois-ci elle n'accompagne aucun pic de frottement intérieur.

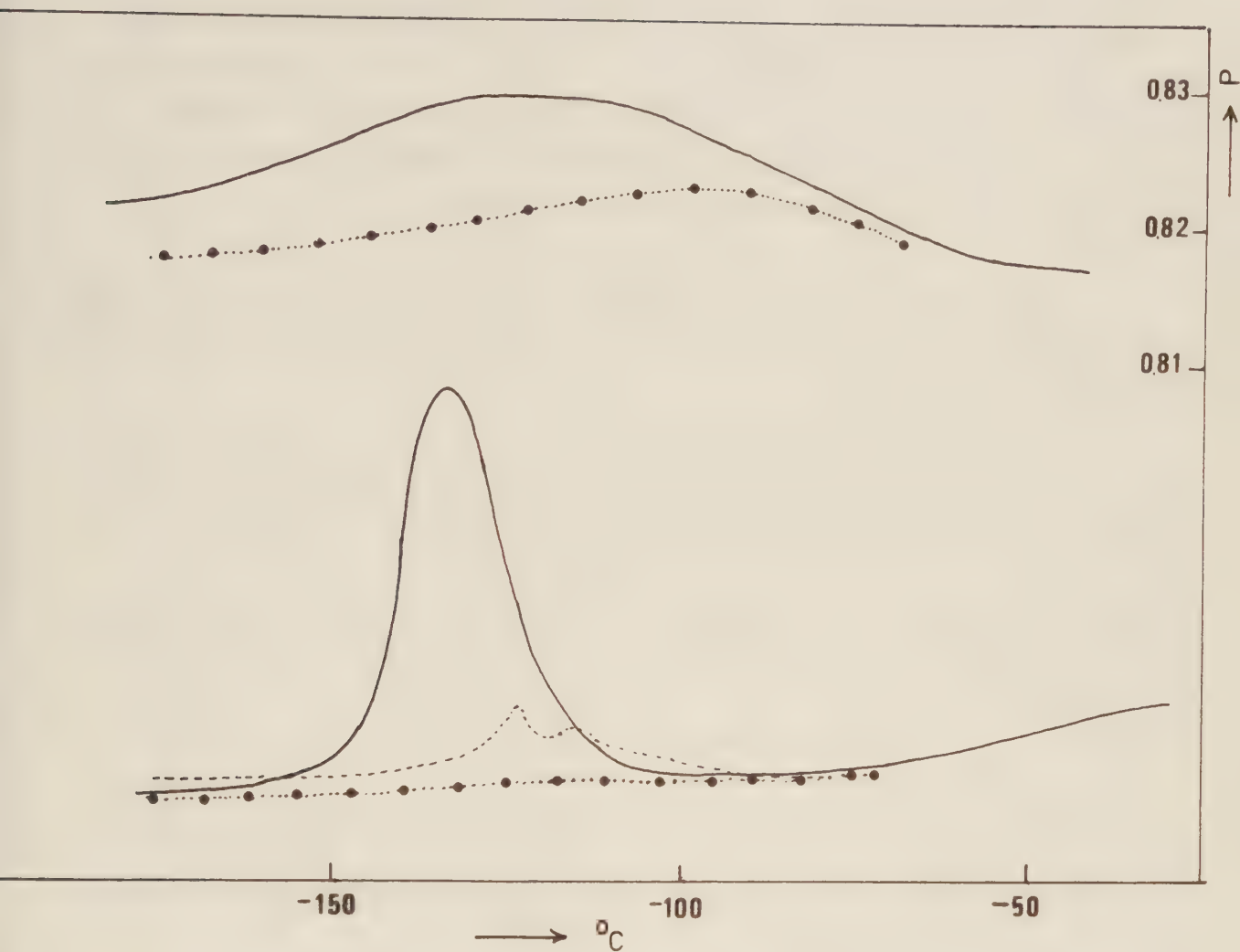


FIGURE III.15

Effet de l'écrouissage sur l'évolution de $\bar{Q}^{-1}$ et de P en fonction de la température
 L'échantillon Fe 26 % Ni 0,3 % C ayant subi une montée en température jusqu'à l'am-
 biente.

- (1,1') : écrouissage à -196°C .
- (2) : 2ème montée en température de l'éprouvette écrouie à -196°C .
- (3) : après écrouissage à température ambiante.

Ceci pourrait suggérer la présence de deux phénomènes distincts, l'un responsable de l'augmentation du frottement intérieur, l'autre responsable d'une diminution de la période d'oscillation.

La même éprouvette, refroidie de nouveau jusqu'à -196°C est écrouie à cette température (-196°C), cet écrouissage entraîne une augmentation relative de la période de 2,5 %. Lors de la montée en température qui suit cet écrouissage, nous avons observé un petit pic vers -134°C ; la hauteur de ce pic est de l'ordre de $1,8 \cdot 10^{-3}$ (*figure III.15 (1)*). La période augmente également avec les températures croissantes, puis commence à diminuer au moment où le frottement intérieur atteint la valeur maximale.

Notons que cette période continue à diminuer même lorsque le niveau du frottement intérieur atteint les valeurs faibles et stationnaires qui suivent le pic.

Ce résultat semble montrer que le pic ou du moins l'augmentation du frottement intérieur au voisinage de la température de l'azote liquide est dû aux dislocations fraîchement formées donc très mobiles.

Influence de l'élément en substitution : Frottement intérieur dans les martensites : FeC.

Dans l'étude des alliages FeNiC contenant très peu de carbone, Achar (28) a rendu la présence du nickel responsable de l'apparition du phénomène observé aux basses températures. Il serait donc intéressant d'étudier des alliages binaires FeC dépourvus de nickel.

Une éprouvette de l'alliage commercial XC 80, trempée de 900°C à l'eau, puis conservée ensuite dans l'azote liquide jusqu'au moment du montage sur le pendule de torsion, ne présente aucun pic de frottement intérieur notable lors du chauffage depuis -196°C : Q^{-1} augmente avec la température et seules deux petites bosses vers -60°C et $+20^{\circ}\text{C}$ ont été observées (*figure III.16*). La bosse à 20°C est accompagnée d'un palier de la courbe de variation de la période avec la température, ce qui laisse prévoir une parenté de cette bosse avec les pics M_2 , M_3 et M' . Ces bosses ont d'ailleurs disparu lors de la deuxième montée en température.

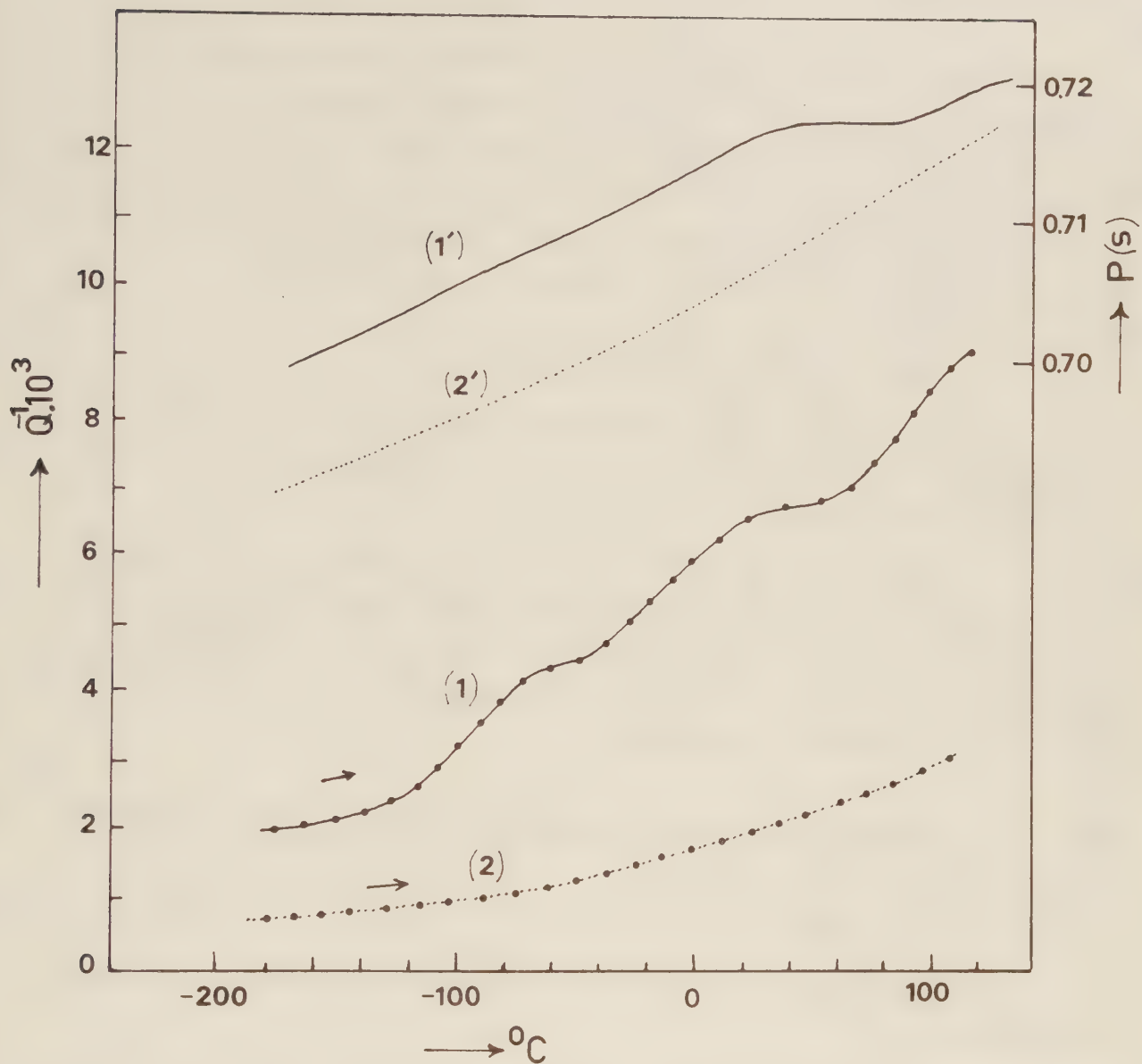


FIGURE III.18

Variations du frottement intérieur et de la période d'oscillation (courbes pointillées) en fonction de la température dans le domaine D_1 de l'alliage martensitique XC 80.

Afin d'éliminer les effets d'un vieillissement incontrôlable, nous avons essayé d'effectuer les mesures de frottement intérieur sur des martensites binaires à température M_s inférieure à l'ambiante.

Pour un alliage FeC obtenu par diffusion en phase gazeuse contenant, à 20°C, plus de 60 % d'austénite retenue, la courbe de frottement intérieur en fonction de la température après trempe à l'azote liquide, présente deux pics vers - 120 et - 50°C, ces pics sont analogues à ceux de l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C. Le pic vers - 50°C correspond également à une décroissance de la période avec la température (*figure III.17*).

L'ensemble de ces résultats montrent que :

- le phénomène anélastique observé dans les martensites au carbone, aux températures inférieures à l'ambiante est apparemment indépendant de l'élément en substitution

- ce phénomène est caractéristique de la martensite fraîchement formée : dans une martensite formée à haute température (XC 80) même après un maintien à température ambiante de durée minimisée, ce phénomène ne se manifeste pas de façon aussi nette que dans une martensite ayant une température M_s en-dessous de l'ambiante.

III.2.1.2 Discussion des résultats expérimentaux obtenus dans le domaine D_1 (- 196°C, 20°C)

A - CONTEXTE

Les phénomènes que nous allons tenter d'interpréter sont caractérisés par :

- 1 - Les températures relativement basses auxquelles ils sont mis en évidence :
 - 150 à 20°C
- 2 - Le rôle du carbone dont la présence est ou non indispensable à leur apparition.
- 3 - Leur caractère irréversible .

Avant de discuter en détails des phénomènes observés, effectuons une rapide revue des résultats déjà obtenus sur l'évolution des martensites en-dessous de 20°C par les différentes mesures suivantes : résistivité, dureté, spectrométrie Mössbauer, microscopie électronique, rayons X et frottement intérieur.

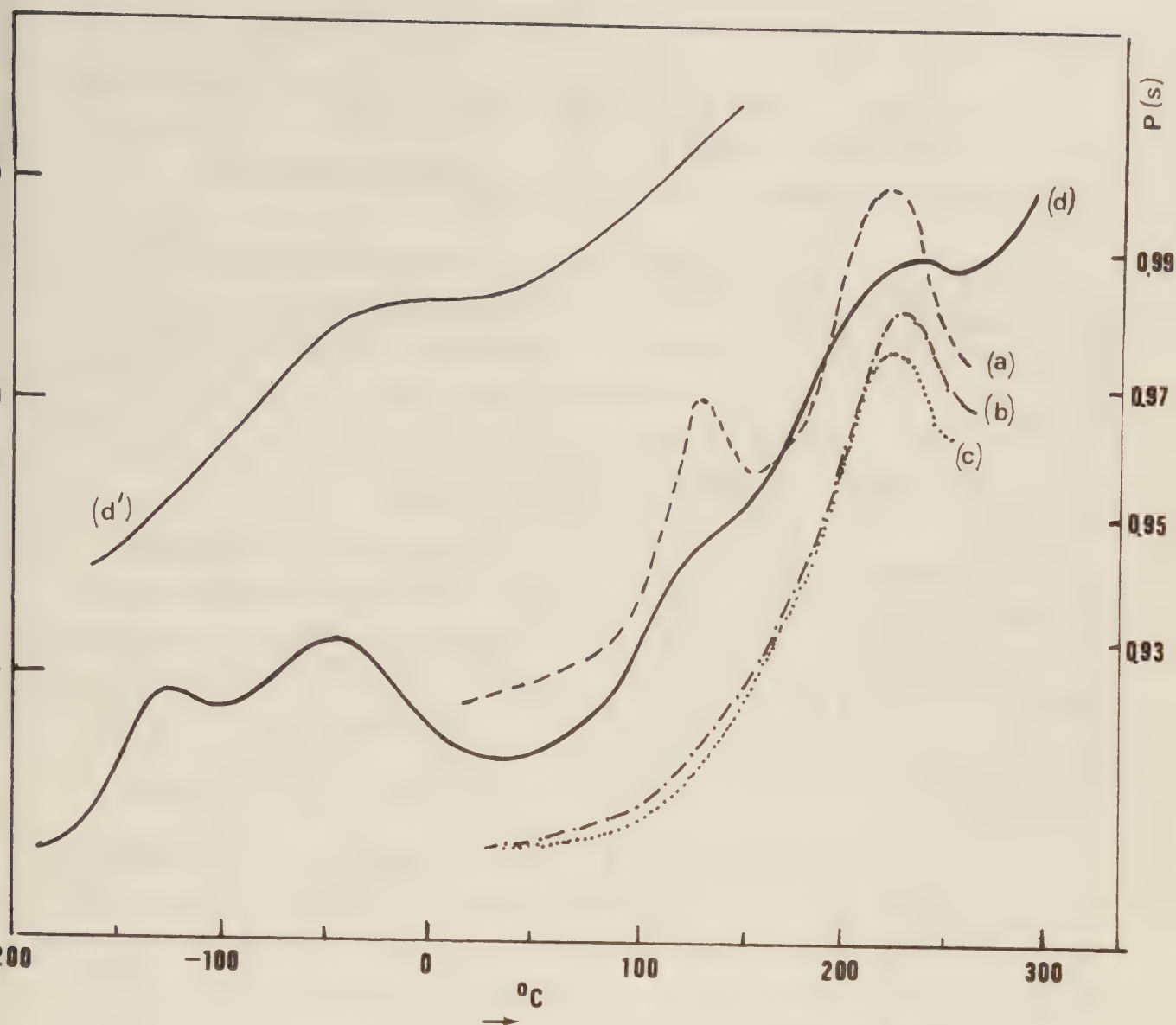


FIGURE III.12

Variation du frottement intérieur Q^{-1} et de la période en fonction de la température de la martensite Fe 1,7 % C fraîchement trempée (d, d').

Les courbes a, b, c sont obtenues avant la trempe à N_2 liquide et lors de trois montées en température successives.

Mesures de dureté

Windchell et Cohen (29) ont montré que pour des martensites Fe-Ni-C dont les points M_s sont voisins de -35°C , la dureté évolue au cours des vieillissements effectués en-dessous de la température ambiante.

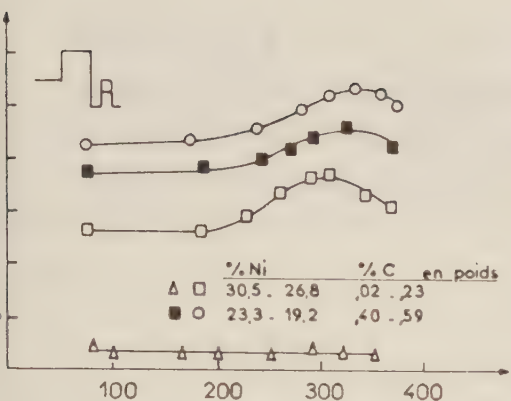
A partir d'une température de vieillissement voisine de -60°C , la dureté augmente et passe par un maximum pour un vieillissement à 40°C (*figure III.18*). Ces auteurs ont montré que l'amplitude de l'effet dépend de la concentration en carbone. Le durcissement observé est attribué à la ségrégation des atomes de carbone le long des dislocations (30). Le rôle du carbone dans le durcissement a été également confirmé par Kelly et Nutting (16).

Retenons de ces résultats que le durcissement ne se manifeste qu'à partir d'une certaine température relativement basse estimée pour un type d'alliage donné à -60°C . Ceci peut suggérer que le carbone est presque immobile en-dessous de -60°C .

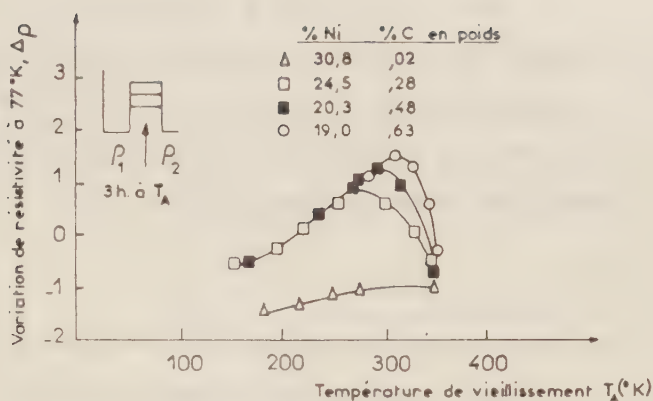
Résistivité

Dans la même étude (29), Windchell et Cohen ont mis en évidence un accroissement de résistivité des alliages Fe-Ni-C à partir de -60°C . Ce résultat ne pourrait pas s'interpréter par une simple ségrégation de carbone au voisinage des dislocations car Cottrell et Clurichman (31) ont montré que dans un acier ferritique écroui, une telle ségrégation entraîne plutôt une diminution de la résistance électrique. Ces raisons ont amené Windchell et Cohen (29) à attribuer l'augmentation de la résistivité à un stade de préprécipitation du carbure ϵ .

Gavin (32) a également observé un maximum de résistivité au cours des mesures isothermes de -196 à 60°C de l'alliage Fe 1,2 % C préalablement vieilli à 60°C . Ce phénomène se manifeste à une température comprise entre -196 et -71°C .



a) Variations de la dureté à 77°K en fonction de la température de vieillissement.



b) Variations de résistivité à 77°K.

Figure III.18

Le vieillissement de martensite Fe-Ni-C d'après (29)

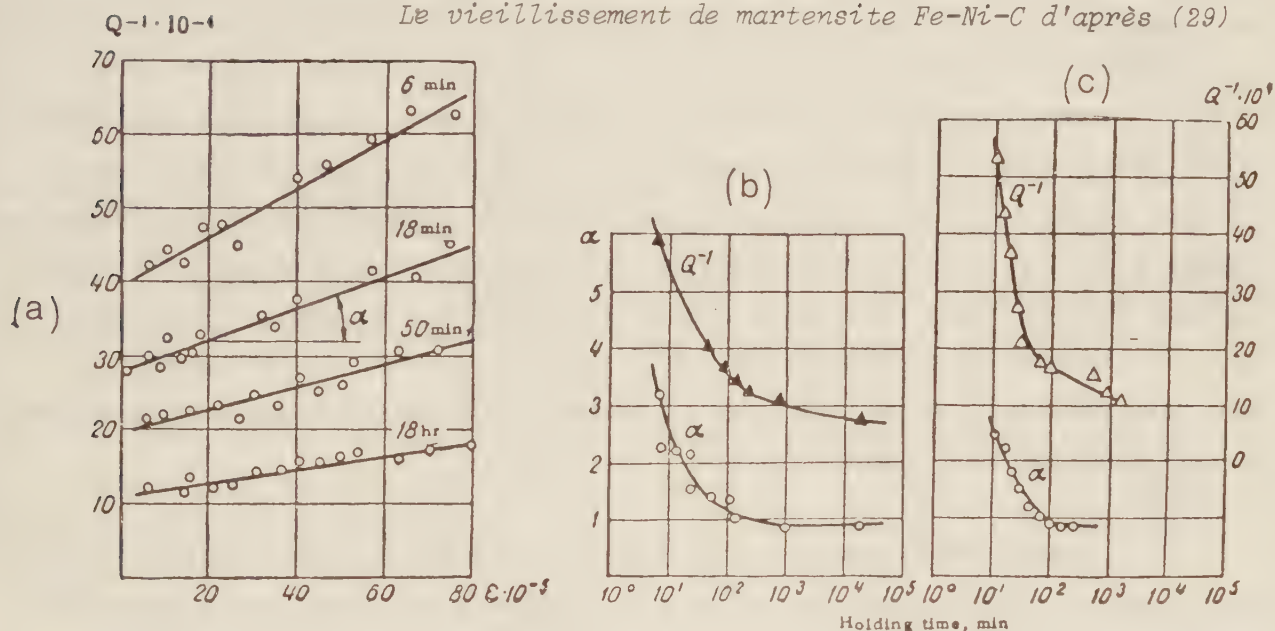


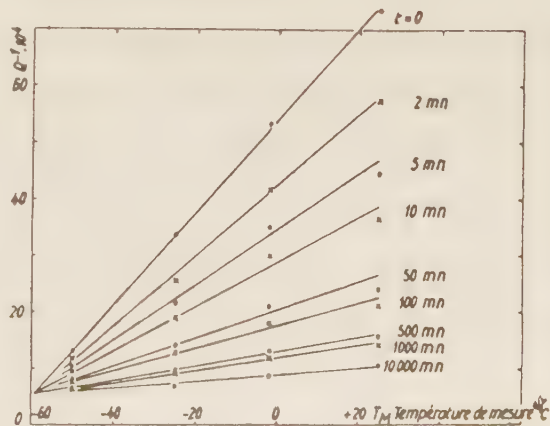
Figure III.19 (a)

ottement intérieur dans une martensite Fe-Ni-C vieillie à 20°C.

- a) Influence de l'amplitude.
b) et c) Variation de Q^{-1} et de l'effet d'amplitude α en fonction du temps de vieillissement
- à 20°C (b)
- à 0°C (c) d'après (44)

Figure III.20

olution du frottement intérieur en fonction de la température de mesure pour différents états de vieillissement.
d'après (9).



Qu'il soit lié à la précipitation du carbure ϵ ou à la ségrégation de carbone sur les dislocations, le mécanisme responsable du durcissement et de l'accroissement de résistivité est lié à la mobilité des interstitiels ; cette mobilité se manifeste à partir d'une température qui dépend de la composition de la martensite étudiée.

Spectrométrie Mössbauer

Par spectrométrie Mössbauer, Flinn et Génin (33 à 35) ont mis en évidence la formation d'amas d'atomes de carbone à la température ambiante dans la martensite au carbone. Cette mise en amas est une étape qui précède la précipitation de carbure ϵ . Ces amas de carbone seraient responsables de l'évolution de la résistivité, du durcissement et de la restauration observés au cours du vieillissement de la martensite au carbone à basse température (35).

Cette explication si elle est plausible à la température ambiante, n'est pas du tout évidente en-dessous de 0°C . En effet, l'étude cinétique de la mise en amas (35) a montré que ce processus se produit 200 fois plus rapidement à 20°C qu'à 0°C , température à partir de laquelle on commence à détecter des modifications du spectre Mössbauer (après une quinzaine d'heures). Or, l'accroissement de résistivité et le durcissement de la martensite ont été observés par Windchell et Cohen (29) dès -60°C et ceci après un maintien qui n'excède guère 3 heures.

Il nous semble donc que la mise en amas des atomes de carbone n'est pas le seul phénomène responsable de l'évolution structurale de la martensite dans le domaine de température D_1 (-196°C , 20°C).

Diffraction électronique dans les martensites au carbone

Des taches de diffraction très particulières ont été observées dans les études par microscopie électronique des martensites fer-carbone à forte concentration (36). Ces taches qu'on ne trouve pas dans les martensites fer-azote, semblent liées au vieillissement des martensites fer-carbone (31, 38) : elles n'apparaissent pas lorsque la martensite apparaît à des températures inférieures à -60°C et lorsque les diagrammes de diffraction sont effectués à des températures assez basses ; elles n'apparaissent qu'après un revenu de 30 minutes à 10°C ou de 5 minutes à 20°C .

Différentes interprétations sont proposées à ces taches de diffraction. La première (39) attribue le phénomène observé à la finesse des macles $\{112\}$ qui provoque un allongement des taches de diffraction. Ceci n'explique pas cependant pourquoi les taches ne sont observées que sur les échantillons vieillis.

La deuxième due à Khachaturian et col. (37) suppose une mise en ordre des atomes de carbone à l'intérieur d'un sous-réseau. Cette mise en ordre, d'après Kurdjumov et Khachaturian (40) serait apparentée à une décomposition spinodale.

Enfin, en tenant compte des résultats obtenus par spectrométrie Mössbauer sur les martensites fer-carbone vieilles (35) Foct (41) a suggéré que l'astérisme des taches de diffraction est lié à la formation des amas de carbone.

Résultats obtenus par frottement intérieur

La sensibilité de cette technique aux défauts structuraux l'a rendue particulièrement intéressante pour étudier l'évolution de la martensite.

De nombreux travaux ont été consacrés à l'étude du vieillissement et du revenu de la martensite. Nous ne retenons pour l'instant que les études dans le domaine de température D_1 .

Au voisinage de la température ambiante, Beaulieu et coll. (42, 43) ont observé lors du vieillissement une restauration du module élastique et une décroissance du frottement intérieur sur des aciers martensitiques étudiés juste après la trempe. Ces auteurs ont interprété la restauration isotherme du module par l'ancrage des dislocations créées lors de la transformation martensitique. Le frottement intérieur qui croît avec la teneur en carbone et avec la température serait lié au mouvement des défauts ponctuels entraînés par les dislocations mobiles. Le mécanisme proposé n'explique pas cependant les variations isothermes du frottement intérieur et du module élastique avec le temps (9).

Entre la température de l'azote liquide et l'ambiante, Sarrak et Suvorova (44) ont montré par des mesures isothermes que le frottement intérieur Q^{-1} des martensites Fe-Ni-C varie avec l'amplitude de la déformation (entre 10^{-4} et 8.10^{-4}) suivant une droite de pente α (*figure III.19*). Ce coefficient α décroît au cours du vieillissement à partir d'une température estimée à -40°C , cette décroissance est accompagnée d'une diminution de Q^{-1} . De même α est fonction décroissante de la teneur en carbone.

En-dessous de -60°C , les mesures isothermes de Sarrak et Suvorova montrent que α est stable alors que Q^{-1} diminue.

Ces auteurs ont attribué le frottement intérieur observé au cours du vieillissement à la dissipation d'énergie pendant le mouvement des dislocations et la décroissance de α à l'augmentation du nombre de points d'épingle sur les lignes des dislocations, ces points d'épingle étant constitués d'atomes de carbone.

Ces résultats démontreraient l'absence du déplacement des atomes de carbone en-dessous de -60°C pour l'alliage étudié.

Bertin, Parisot et de Fouquet (9) ont effectué des études isothermes de frottement intérieur sur des aciers martensitiques commerciaux entre -50°C et 25°C . Les résultats observés confirment l'influence de l'amplitude de déformation sur le frottement intérieur. Ces auteurs ont en outre montré l'influence des températures de mesure sur la valeur de Q^{-1} .

Ils ont alors proposé une expression du frottement intérieur formée par la somme de deux termes : le premier, lié à l'amplitude est indépendant de la température, le second, indépendant de l'amplitude est une fonction décroissante de la température au-dessus d'une température T_c . T_c est la température en-dessous de laquelle aucun effet de vieillissement n'est observé (*figure III.20*) ; elle dépend de la teneur en carbone. L'existence de T_c concorde avec les résultats de Sarrak et Suvorova (44) ainsi que ceux de Windchell et Cohen (29).

Bertin, Parisot et de Fouquet ont obtenu pour trois alliages différents les valeurs suivantes de T_c (9) :

Acier	XC 40	XC 85	XC 120
T_c	- 25°C	- 60°C	- 100°C

Comme Kurdjumov et ses collaborateurs (38, 44), ces auteurs ont attribué le frottement intérieur observé au mouvement thermiquement activé des dislocations freiné par les atomes de carbone en solution solide. La ségrégation des atomes de carbone à partir de la température T_c semble être responsable de la décroissance de Q^{-1} au cours des vieillissements isothermes.

Examinons enfin les travaux récents de Carrard (4, 8) et de Conophagos, Plusquellec, Hyspecka, Azou et Bastien (5, 6, 7).

Leurs études effectuées à des fréquences voisines de 80 Hz sur des alliages FeNiC nous semblent particulièrement intéressantes : d'abord la variation du frottement intérieur est, comme dans notre étude, mesurée en fonction de la température, ensuite, comme nous, ces auteurs ont mesuré la variation de la fréquence du mouvement avec la température.

Ces auteurs ont montré l'existence d'un pic de frottement intérieur vers 216°K (- 57°C) précédé d'un épaulement vers 193°K (- 80°C). L'épaulement à 193°K est attribué à une interaction entre hydrogène et les dislocations (5, 6, 7), tandis que le pic à 216°K est attribué à un réarrangement du type Snoek d'atomes de carbone au voisinage des dislocations vis mobiles. Cette explication est fondée sur une théorie de Schoeck et Seeger (45) établie pour les structures cubiques centrées.

Partant de l'idée qu'il y a une interaction entre interstitiels et dislocations vis due à la distorsion tétragonale autour d'un interstitiel carbone (ou azote) et que par conséquent il y a une possibilité de formation d'atmosphère d'interstitiels autour des dislocations vis, Schoeck et Seeger (45) ont suggéré l'existence d'une redistribution du type Snoek des atomes

interstitiels autour des dislocations vis de réseaux cubiques centrés. Sans contrainte appliquée, les interstitiels sont supposés répartis au hasard dans trois types de sites interstitiels. Sous l'action d'une contrainte, l'énergie d'interaction contrainte-interstitiel dépend du type de site occupé. Ainsi, à une température où les interstitiels peuvent diffuser, la contrainte causera une redistribution dans la population des différents sites occupés. Ce mécanisme donnera naissance à un pic de frottement intérieur de type Snoek.

Contrairement à la formation d'atmosphères de Cottrell (46), celle de Snoek proposée par Schoeck et Seeger ne fait appel qu'à une diffusion à courte distance ; cet atmosphère bloquera ainsi les dislocations vis mobiles, ce qui laisse prévoir une augmentation du module élastique lors de l'apparition du pic de frottement intérieur. Cet argument a été utilisé par Conophagos et Carrard pour expliquer les phénomènes anélastiques observés à basses températures dans les martensites FeNiC. Il faut cependant signaler que les résultats cités, obtenus à l'aide d'un pendule de flexion ne sont pas toujours en accord avec ceux de nos mesures au pendule de torsion. Les différences tiennent essentiellement au domaine de fréquence utilisé, à l'intensité de frottement intérieur qui est beaucoup plus importante dans notre étude et surtout à l'influence de la teneur en carbone sur la position et la hauteur du pic à -60°C . En effet, Carrard (4) a signalé que la hauteur du pic croît avec la teneur en carbone et que sa position est indépendante de cette teneur qui est en désaccord avec nos résultats.

Pour terminer, citons les résultats de microcalorimétrie de Kurdjumov et coll. (82) qui montrent que la vitesse de dégagement de chaleur suit une évolution comparable à celle de l'effet d'amplitude en frottement intérieur (44). Enfin, les résultats de Giu (47) sur les mesures de la contrainte d'écoulement lors des essais de compression des martensites FeNiC, permettraient à l'auteur d'envisager une mise en ordre des atomes de carbone du type Snoek à partir de 160°K (-113°C).

Récapitulation sur la martensite au carbone

Les études effectuées sur les martensites au carbone fraîchement trempées ont prouvé l'évolution structurale de la martensite dès les basses

températures (-60°C). Cette évolution se manifeste par le changement des propriétés mécaniques, électriques et électroniques décelées par différentes méthodes. La similitude des cinétiques relatives aux différentes méthodes laisse penser à l'existence d'un seul phénomène pour lequel la participation des dislocations et des atomes de carbone dans le phénomène est presque unanimement admise par tous les auteurs. Cependant, les points de vue divergent sur le mécanisme responsable du frottement intérieur observé et même sur l'origine de la dissipation d'énergie pour les uns c'est le mouvement des dislocations (38, 44) ; pour les autres (4, 8) ce sont les sauts des atomes de carbone sous le champ de contrainte des dislocations mobiles. Dans la partie qui suit nous allons confronter nos résultats avec les théories proposées.

B - DISCUSSION

Les résultats expérimentaux que nous avons obtenus montrent que les phénomènes anélastiques observés sont liés étroitement à l'évolution structurale de la martensite fraîchement formée. Quant aux mécanismes responsables de ces phénomènes anélastiques, la forte densité de dislocations qui caractérise les martensites fraîchement trempées (de 10^{10} à 10^{12} cm/cm³) ainsi que la présence abondante d'interstitiels (carbone) laissent prévoir les rôles directs ou indirects joués par ces défauts.

Dans ce qui suit, nous allons d'abord examiner le pic M_1 dont les caractéristiques semblent différentes de celles des pics M_2 , M_3 .

Origine du pic M_1

Les comportements des pics M_1 d'une part et M_2 et M_3 d'autre part sont très différents :

- alors que la variation de module associée à M_1 est presque inexistante, les variations de modules associées à M_2 et M_3 sont importantes ($\sim 10^{-2}$).
- contrairement à M_2 et M_3 , M_1 apparaît même en l'absence de carbone

La deuxième remarque nous indique que le pic M_1 n'est pas caractéristique des alliages interstitiels que nous étudions et que l'étude de M_1 relève sans doute d'expériences sur des métaux cubiques centrés purs ou sur des alliages de substitution (48, 49). Nous n'écartons cependant pas la possibilité d'une pollution par l'hydrogène (5, 6, 7) dont la concentration n'est pas contrôlée rigoureusement. Il est possible que le pic M_1 soit comparable à l'un des pics α , β ou γ observés dans les métaux cubiques centrés purs écrouis par Chambers et Schultz (47) et par d'autres auteurs (49, 50, 51). Cependant, d'après Chambers et Schultz, la variation de période lors du passage du pic α d'un métal cubique centré pur va dans le sens d'une diminution du module avec la température ce qui est en contradiction avec nos résultats dans la martensite. Néanmoins, l'existence d'une triade de pics α , β , γ à des températures voisines dans ces métaux écrouis laisse penser que le pic M_1 présente quelque parenté avec les pics M_2 M_3 . Il se peut qu'en partie l'interprétation proposée pour M_2 et M_3 puisse s'appliquer à M_1 .

Une des grandes difficultés que nous avons rencontrées dans notre tentative d'interpréter le pic M_1 est l'absence d'une "anomalie" du module de cisaillement lors de son apparition et de sa disparition. Toute interprétation fondée sur le mouvement des dislocations : soit la relaxation des contraintes internes proposée par Sarraf et Suvorova (44), soit le franchissement par les dislocations des collines de potentiel interne ou le désancrage des lignes de dislocations (52) et les autres modèles de pic de Bordoni (53 à 55) auraient entraîné une diminution du module de cisaillement donc une anomalie de période. D'ailleurs, un écrouissage à la température de l'azote liquide montre que si les dislocations jouent un rôle dans le mécanisme responsable de M_1 , la disparition de ce dernier aurait été accompagnée d'une restauration du module de cisaillement comme nous l'avons observé pour le pic obtenu après écrouissage.

Pour l'instant, l'absence de mesures plus systématiques et plus précises sur l'influence de l'amplitude, de la fréquence de la vitesse de montée en température et des mesures isothermes nous interdit des conclusions trop hâtives. Nous pensons en outre qu'une telle étude doit s'effectuer sur les alliages martensitiques à bas point M_s dépourvus d'interstitiels ce qui évite de compliquer les conditions expérimentales.

origine des pics M_2 et M_3

Que les pics M_2 et M_3 n'apparaissent qu'en présence de carbone peut suggérer que la dissipation d'énergie est la conséquence de la réorientation des atomes de carbone au voisinage des dislocations (4, 8). En fait, ce mécanisme ne nous semble pas constituer la cause principale de la dissipation d'énergie pour plusieurs raisons :

- a) le frottement intérieur est sensible à l'amplitude comme nous avons pu le vérifier à la suite d'autres expérimentateurs (44).
- b) le frottement intérieur n'est pas une fonction monotone croissante de la concentration en carbone et l'importance de M_2 et M_3 n'est pas non plus une fonction monotone croissante de l'intensité des pics qui sont observés à plus hautes températures : 160°C si la martensite est maclée, 210°C si la martensite est cisailée par glissement (domaine D_3).
- c) on peut estimer la dissipation d'énergie liée à un déplacement irréversible des atomes de carbone. La valeur obtenue est de 10 à 100 fois plus faible que la dissipation mesurée. En supposant que 50 % (56) environ des atomes de carbone migrent vers les dislocations, le cisaillement global qui en résulterait serait très inférieur à quelques 10^{-3} , compte-tenu de la variation des paramètres a , c avec la concentration en carbone (57) (typiquement 0,3 % poids). L'énergie anélastique dissipée par ce processus irréversible serait alors inférieur à $10^{-3} \tau_{\max}$. $\tau_{\max}$ est la contrainte maximale correspondant à l'amplitude maximale $\gamma_{\max}$ ($4 \cdot 10^{-4}$). L'énergie anélastique ΔW mesurée sur la courbe $Q^{-1}(T)$ est voisine de $3600 (2\pi) \bar{Q}^{-1} \frac{1}{2} G (\gamma_{\max})^2$. Puisque :

$$- \frac{\Delta W}{W} = 2\pi Q^{-1} \text{ pour un cycle}$$

- la fréquence est voisine de 1 hertz

- le temps de montée en température est voisin d'une heure

Q^{-1} est la valeur moyenne du frottement intérieur relative à M_2 et M_3 . Cette valeur mesurée de l'énergie anélastique est très supérieure à l'énergie estimée précédemment dans un processus irréversible.

- d) si la dissipation d'énergie s'effectuerait uniquement par un déplacement irréversible d'atomes de carbone, le fait de doubler la vitesse de montée en température devrait s'accompagner d'une augmentation importante de la hauteur de M_2 et M_3 .

Nous pensons donc que les variations de Q^{-1} et les anomalies de module de cisaillement observées pour M_2 et M_3 sont liées au mouvement des dislocations.

La possibilité de déplacement de défauts plans comme les macles n'est pas à rejeter cependant ce déplacement s'apparente au déplacement des dislocations partielles introduites par les macles. Le défaut de module observé montre qu'à des températures inférieures à celles de M_2 et M_3 certaines dislocations sont mobiles. La mobilité des dislocations à basses températures que l'on observe en présence de carbone s'explique alors par la réduction de la différence d'énergie entre les dislocations avec et sans décrochements due à l'augmentation des contraintes internes par les interstitiels (condition de Paré (58)) :

$$\Delta W = 2 W_k - \sigma_i a b l$$

où ΔW : différence d'énergie entre les dislocations avec et sans décrochements

W_k : énergie de formation d'un décrochement simple

σ_i : contrainte interne

a : déplacement de la dislocation

b : vecteur de Burgers

l : longueur d'une boucle de dislocation

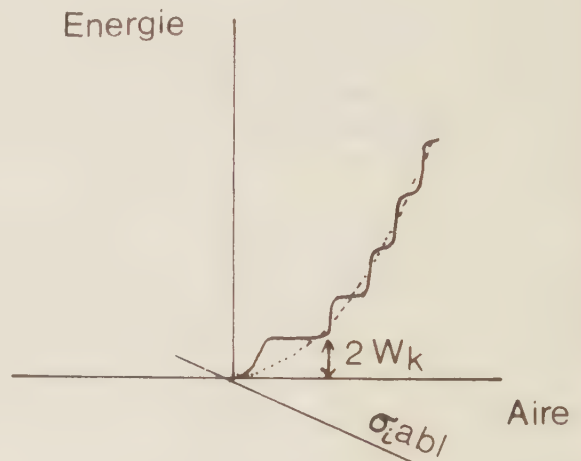


Diagramme de l'énergie d'un segment de dislocation en fonction de l'aire balayée par ce segment.
(d'après (58)).

Ceci nous permettrait d'expliquer la nécessité de la présence de carbone pour que M_2 et M_3 apparaissent.

La montée de Q^{-1} qui annonce le pic M_2 est sans doute liée au mouvement des dislocations qui deviennent les plus mobiles lorsque la température augmente.

L'augmentation irréversible de module que l'on observe après une montée en température interrompue au-dessus de la température de M_3 est due à une réduction du terme $\sigma_i a b l$. Cette diminution est entraînée par une relaxation des contraintes internes σ_i et (ou) par un piégeage des dislocations mobiles par le carbone ce qui diminue l .

A la différence des phénomènes de relaxation purs, il y a une augmentation relative du module avec la température et cette augmentation s'accompagne d'une dissipation d'énergie. Nous pensons que le passage de la mobilité à l'immobilité est progressif ce qui entraîne un déphasage de la déformation sur la contrainte et par conséquent une augmentation du frottement intérieur responsable de M_3 .

Le piégeage est d'autant plus rapide que les interstitiels et sans doute les dislocations sont plus mobiles. Cette remarque doit permettre de relier les températures d'apparition des pics M_2 et M_3 aux températures baptisées critiques de Windchell et Cohen (29), Bertin, Parisot et de Fouquet (9) et par Giu (47). Ces températures critiques qui dépendent de la concentration en carbone (9) limitent un domaine en-dessous duquel le carbone est immobile ce qui exclut le piégeage des dislocations par le carbone. Les températures des pics dépendent donc de la concentration en carbone dont l'accroissement s'accompagne d'un accroissement de σ_i et de la concentration en nickel qui favoriserait la diffusion du carbone (59, 82) et augmenterait la mobilité des dislocations (60). Ce qui est vérifié par nos résultats sur les marten-sites FeNiC et FeC.

Les hypothèses que nous avons faites sur l'origine de M_2 et M_3 sont en outre, cohérentes avec les principaux résultats expérimentaux obtenus :

- l'effet d'une montée en température interrompue correspond à un recuit qui diminue la longueur moyenne des dislocations mobiles ce qui réduit le pic M_2 . Le pic résiduel observé à une température supérieure à celle de M_2 et M_3 correspondrait à une restauration incomplète du module élastique lors de la montée précédente.
- une augmentation de la vitesse de chauffage ralentit le piégeage ce qui est cohérent avec l'augmentation des températures de M_2 et M_3 augmentées.
- la translation vers les basses températures de la courbe $Q^{-1}(T)$ causée par une augmentation de l'amplitude, indique un piégeage plus rapide lorsque le déplacement des dislocations est plus grand.

- L'augmentation de la teneur en carbone accélère le piégeage en réduisant la distance carbone-dislocation ainsi que la longueur des boucles de dislocations mobiles, ce qui est cohérent avec une diminution de l'importance de M_2 et de M_3 et un abaissement de leur température d'apparition.

Quant à l'effet de la fréquence, la comparaison des différents résultats n'inspire pour l'instant pas de conclusion évidente.

Caractéristiques d'un éventuel modèle

Il semble prématuré d'adopter tel ou tel modèle de dissipation d'énergie anélastique pour expliquer les phénomènes observés. Cependant, les réflexions précédentes et le caractère irréversible des phénomènes observés nous incite à considérer une distribution de défauts mobiles ici des dislocations ayant satisfait à certaines conditions (par exemple la condition de Paré (58) quantifiées par un paramètre λ . Dans le cas des dislocations, nous pouvons par exemple définir λ par une relation du type : $\lambda = (A\sigma_i + B)l$ σ et l étant respectivement la contrainte interne et la longueur d'une boucle de dislocation. La distribution ainsi définie évolue au cours des expériences. Si $D(\lambda)$ désigne la densité de défauts caractérisés par λ , $D(\lambda)$ dépend des traitements thermiques et thermomécaniques de l'échantillon. Pour une montée linéaire en température, une amplitude de déformation ε et une fréquence ν , D_λ est fonction de T, ε, ν : $D(\lambda, T, \nu, \varepsilon)$.

Dans un échantillon donné, les contributions au frottement intérieur ϕ et au défaut de module dynamique de cisaillement ψ d'un défaut λ_i dépendent elles aussi de la température, de la fréquence et de l'amplitude :

$$\phi = \psi (\lambda_i, T, \nu, \varepsilon)$$

$$\psi = \psi (\lambda_i, T, \nu, \varepsilon)$$

Alors que $D(\lambda, T, \nu, \varepsilon)$ dépend des phénomènes métallurgiques (diffusion, interaction dislocation-interstitiel, préprécipitation) ϕ et ψ sont déterminées par les mécanismes de frottement intérieur. Si ces mécanismes sont du type relaxation, on peut choisir alors comme paramètre λ l'inverse de l'énergie d'activation plutôt que le temps de relaxation qui est un paramètre lié à la température.

L'importance des distributions de temps de relaxation a déjà été évoquée pour expliquer en particulier la largeur des pics de frottement intérieur (54, 61), mais les distributions envisagées étaient considérées comme indépendantes de l'évolution de l'échantillon.

Dans le cas présent, l'évolution structurale de l'échantillon est un phénomène qui est susceptible de modifier complètement les manifestations anélastiques observées. Dans le formalisme adopté, la variation de Q^{-1} et du module avec la température seraient :

$$Q_{\nu_i \epsilon_i}^{-1}(T) = \int_{\Lambda} D(\lambda, T, \nu_i, \epsilon_i) \phi(\lambda, T, \nu_i, \epsilon_i) d\lambda \quad (1)$$

et

$$G^{-1}(T) = G_0(T) - \int_{\Lambda} D(\lambda, T, \nu_i, \epsilon_i) \psi(\lambda, T, \nu_i, \epsilon_i) d\lambda \quad (2)$$

Λ est le domaine de variation du paramètre λ , $G_0(T)$ est le module dynamique de cisaillement du cristal parfait à la température T .

Sans connaître la forme des fonctions D , ϕ et ψ , il est difficile de pouvoir comparer les conséquences des formules précédentes aux résultats de l'expérience. Ces formules rendent évidemment compte du caractère irréversible des mesures de Q^{-1} et de G ainsi que de la restauration du module de cisaillement.

Avec l'hypothèse grossière et simplifiée d'une distribution "en boîte" Δ (figure III.21), les formules (1) et (2) se simplifient considérablement :

$$Q^{-1}(T, \nu, \epsilon) = \Delta(T, \nu, \epsilon) \int_{\Lambda} \phi(\lambda, T, \nu, \epsilon) d\lambda \quad (3)$$

$$G(T, \nu, \epsilon) = G_0(T) - \Delta(T, \nu, \epsilon) \int_{\Lambda} \psi(\lambda, T, \nu, \epsilon) d\lambda \quad (4)$$

Puisque le phénomène de recuit est caractérisé par un piégeage des dislocations mobiles, on peut penser qu'en moyenne Δ est une fonction décroissante de T .

Compte-tenu des résultats expérimentaux obtenus sur la dissipation d'énergie due au mouvement des dislocations ainsi que des différents modèles proposés pour interpréter ces phénomènes (53), nous pouvons prévoir que les variations des fonctions $\Phi(T, \nu, \epsilon)$ et $\Psi(T, \nu, \epsilon)$ intégrales de ϕ et ψ sur le domaine Λ en fonction de T , sont représentées respectivement par des courbes en cloches et courbes en S (*figure III.21*). Cette remarque permet ainsi d'expliquer que l'on puisse observer un ou plusieurs maxima M_2 et M_3 par exemple relatifs à un même phénomène (*figure III.21*).

La fonction $D(T, \nu, \epsilon)$ représente la quantité de dislocations mobiles, si la vitesse de montée en température augmente le nombre de dislocations mobiles est relativement plus élevé ce qui correspond à une translation vers les températures élevées de la courbe $D(T)$. On peut donc prévoir une augmentation de la température de M_2 et M_3 qui est vérifiée expérimentalement. Une augmentation de la concentration en carbone entraîne sur Δ des effets opposés aux précédents et un déplacement de M_2 et M_3 vers les basses températures ce qui est également vérifié.

Lorsque l'amplitude de déformation ϵ varie, les fonctions ϕ et ψ sont modifiées puisqu'il s'agit de mécanismes liés au mouvement des dislocations et par conséquent il est normal de voir une modification de la courbe $Q^{-1}(T)$ et $G(T)$ (ou $P(t)$). Cependant, le fait qu'une augmentation de ϵ entraîne une translation vers les basses températures de ces courbes, peut indiquer que la dérivée partielle $\frac{\delta D}{\delta \epsilon}$ n'est pas négligeable et que le piégeage est d'autant plus rapide que ϵ est grand.

Le déplacement du maximum de frottement intérieur avec la fréquence est une mesure tout à fait classique destinée à déterminer si le phénomène observé est ou non activé thermiquement. Dans le cas présent nous disposons des mesures effectuées par Carrard (4, 8) à des fréquences environ 100 fois supérieures à celles qui sont utilisées dans notre étude. La comparaison des différents résultats n'inspire pas de conclusion évidente ce qui est tout à fait conforme avec le fait que l'influence de la fréquence sur les fonctions $\phi(\lambda, T)$ et $\psi(\lambda, T)$ est masquée par la variation de $D(\lambda)$ avec T .

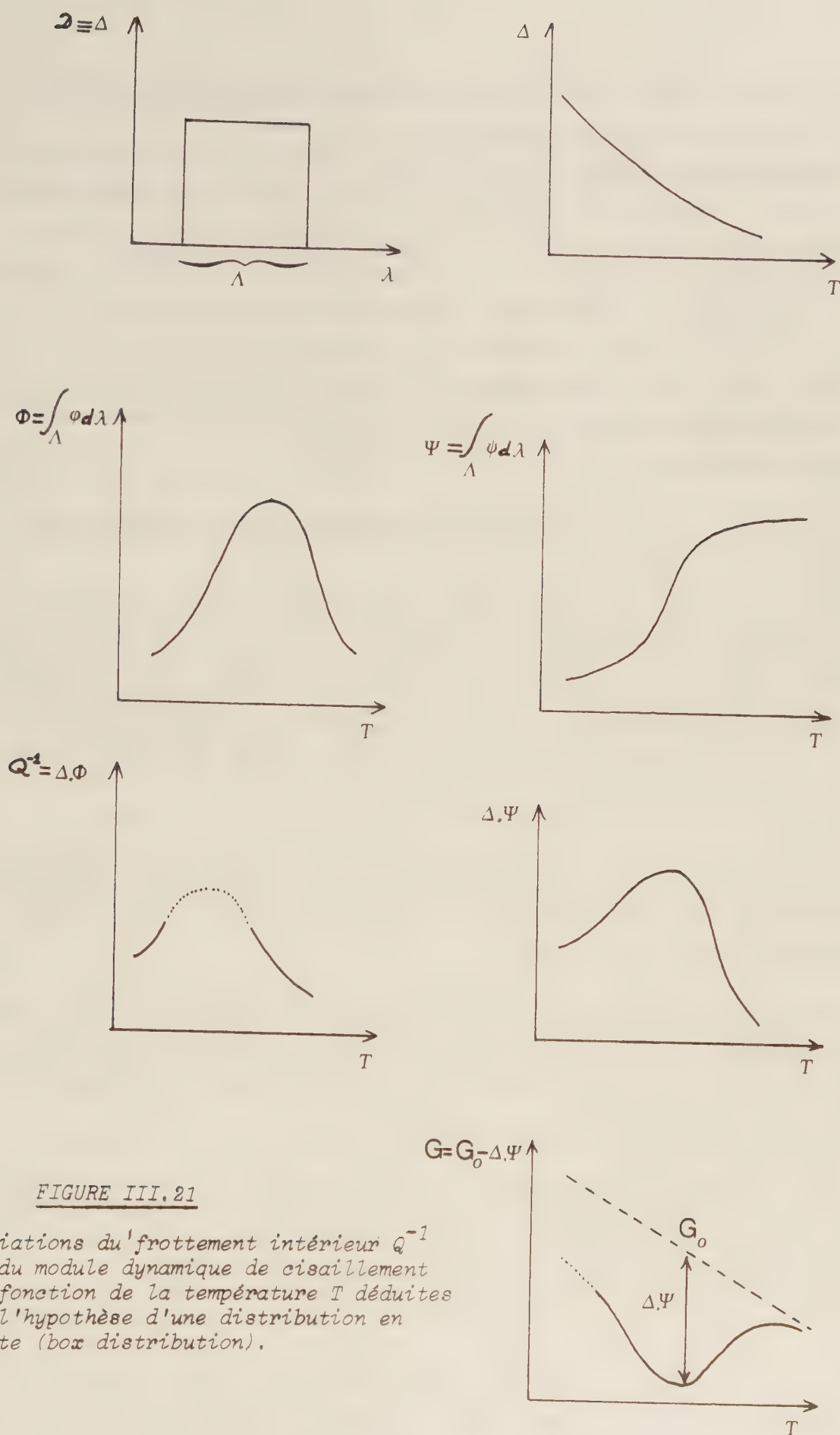


FIGURE III.21

Variations du 'frottement intérieur Q^{-1} et du module dynamique de cisaillement en fonction de la température T déduites de l'hypothèse d'une distribution en boîte (box distribution).

La distribution $D(\lambda)$ est accessible par les mesures isothermes, malheureusement la plupart des mesures effectuées jusqu'ici (2, 9, 42, 43, 44) l'ont été dans un domaine de température qui est à la limite supérieure de D_1 (de -196 à 30°C) ou à l'extérieur de ce domaine. Précisons cependant qu'un résultat important établi par Sarraf et Suvorova (44) ainsi que Bertin, Parisot et de Fouquet (2, 9) qui démontrent que Q^{-1} est une fonction linéaire croissante de l'amplitude ϵ n'est pas en contradiction avec nos résultats. En effet, dans une mesure de Q^{-1} à température variable, les effets d'amplitude et de vieillissement se répercutent sur les fonctions D et ϕ alors que dans une mesure isotherme les valeurs initiales de D sont identiques quelle que soit l'amplitude de déformation.

III.2.2 Etude anélastique de la martensite entre 20°C et 250°C (Domaines D_2 et D_3).

L'étude des phénomènes anélastiques liés aux différents stades de revenu de la martensite a été entreprise par de nombreux auteurs (3, 10, 62 à 66). Les mesures de frottement intérieur faites en général sur les alliages martensitiques fer-carbone, montrent l'existence d'une bosse de 120°C (62, 67) et d'un pic vers 210°C , analogue à celui qui apparaît dans le fer α écroui contenant du carbone ou de l'azote.

La bosse à 120°C est, selon les auteurs (62, 68) liée directement ou indirectement à la précipitation de carbure ϵ caractérisant le premier stade de revenu de la martensite.

Quant au pic à 210°C , bien que les interactions dislocations-défauts ponctuels soient souvent reconnues comme responsables du phénomène, ceci par analogie avec le pic de Köster (69), à notre connaissance, aucun modèle n'est capable d'expliquer tous les faits expérimentaux.

Les mesures simultanées de frottement intérieur et de période que nous avons effectuées entre 150 et 300°C (domaine D_3) sont rapportées ici comme compléments des données expérimentales déjà acquises.

III.2.2.1 Résultats expérimentaux

Le spectre de frottement intérieur lors du revenu des martensites FeNiC à température $M_s < 20^\circ\text{C}$ étudiées, présente (*figure III.22*) :

- un épaulement vers 80°C (M_4)
- un pic (M_5) à une température comprise entre 150 et 160°C .

L'apparition de la bosse à 80°C , qui à notre connaissance n'a jamais été signalée, n'entraîne en général aucune anomalie considérable de la variation de période. Cette variation peut être rendue difficile à détecter pour trois raisons : faiblesse relative de l'effet, étalement du phénomène et superposition de la variation de période liée à M_5 .

Par contre, à 160°C , la courbe de variation de la période présente un point d'inflexion très net : le phénomène responsable du pic à 160°C est caractérisé par une diminution du module dynamique de cisaillement. Ce pic (M_5) est relativement large par rapport à celui qui correspondrait à un temps de relaxation (courbe de Debye).

L'apparition de la bosse à 80°C (M_4) n'est pas toujours observable pour l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C. Il se peut que cette bosse soit masquée par le niveau important du frottement intérieur de cet alliage dans le domaine de température D_1 .

Notons enfin que le spectre de frottement intérieur de l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C présente en plus un épaulement vers 200°C (*figure III.22*) dont nous attribuerons l'origine à l'austénite résiduelle.

Dans ce qui suit, nous essayons de compléter l'étude (3,10, 66) des facteurs suivants : teneur en carbone, amplitude de déformation, fréquence d'oscillation etc.. sur l'évolution des maxima M_4 et M_5 .

Influence de la présence de nickel

Afin de comparer les spectres de frottement intérieur des martensites fer-carbone et fer-nickel-carbone, nous avons effectué dans les mêmes conditions

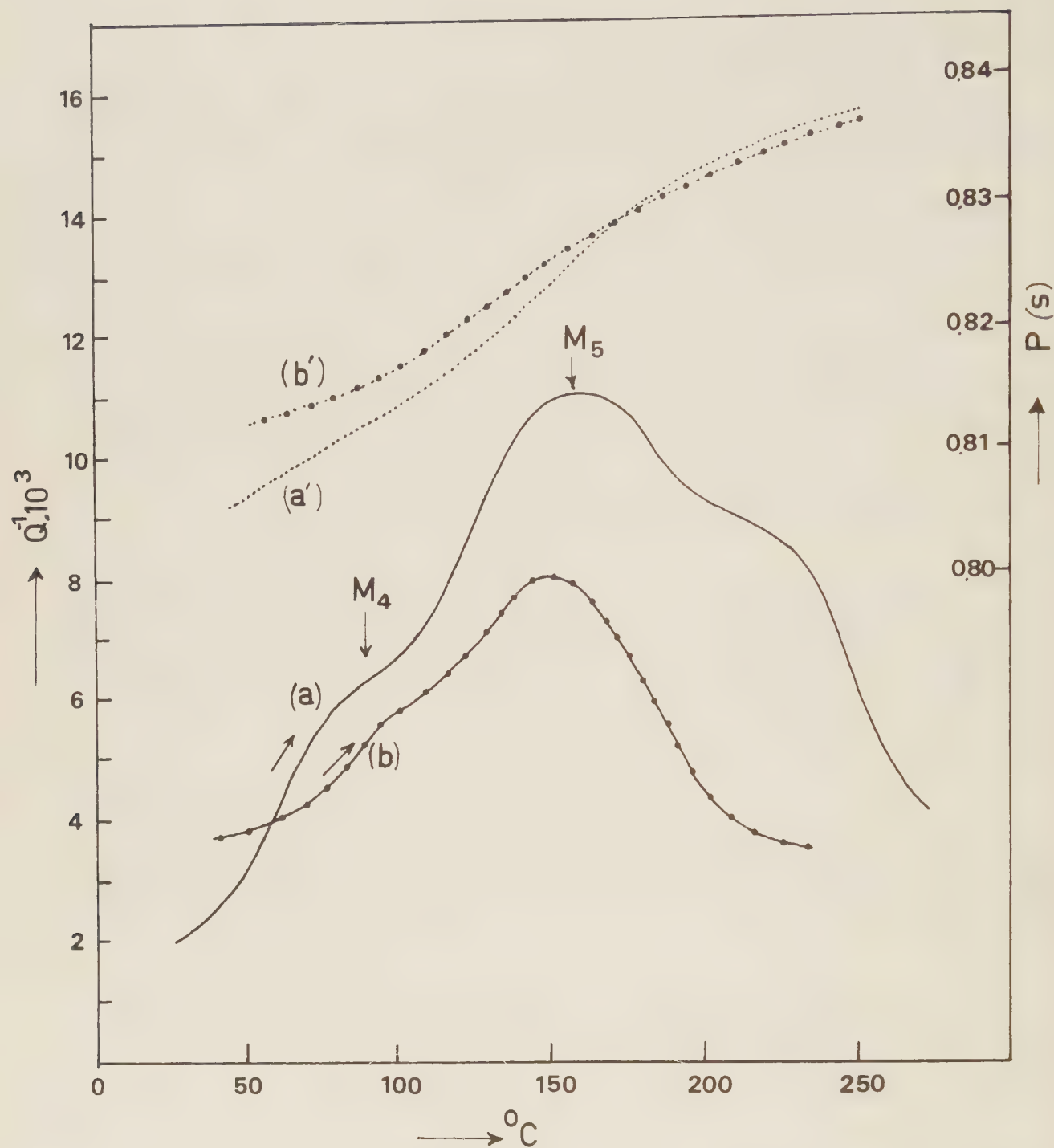


FIGURE III.22

Variations du frottement intérieur (a, b) et de la période (a', b') en fonction de la température des martensites FeNiC.

(a, a') : Fe 17 % Ni 0,8 % C

(b, b') : Fe 26 % Ni 0,3 % C.

(vitesse de chauffage, amplitude de déformation) les mesures de frottement intérieur sur deux alliages fer-carbone : l'un à 1,7 % C obtenu par diffusion en phase gazeuse, l'autre un alliage commercial XC 80.

Les résultats sont présentés sur *la figure III.23*. On constate que la bosse qui se trouve à 120°C pour ces deux alliages est plus marquée pour la martensite Fe 1,7 % C. La hauteur du pic à 210°C est alors de l'ordre de 18.10^{-3} . Elle est voisine de 14.10^{-3} pour la martensite XC 80.

La comparaison des spectres de frottement intérieur des martensites fer-carbone et fer-nickel-carbone montre que :

- Les courbes de frottement intérieur correspondant aux alliages FeNiC sont décalées d'environ 40 à 50°C vers les basses températures par rapport à celles des martensites binaires fer-carbone.
- Pour des teneurs en carbone à peu près semblables, la courbe $Q^{-1}(T)$ de FeC présente toujours une intensité plus importante que celles des alliages FeNiC. Nous obtenons par exemple (*figure III. 23 et 25*) une valeur $Q_{\max}^{-1} \simeq 14.10^{-3}$ pour la martensite XC 80 et $Q_{\max}^{-1} \simeq 12.10^{-3}$ pour l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C.

Ces différences entre les intensités des pics et leur température d'apparition dans les martensites FeC et FeNiC, semblent donc liées à la présence de nickel. Des résultats semblables ont été observés sur des alliages FeNiC de structure cubique centrée par d'autres auteurs (70, 71) et confirment le rôle du nickel dans l'évolution des phénomènes anélastiques. Ce rôle sera discuté dans la deuxième partie de ce paragraphe (II.2.2.2).

Influence de la teneur en carbone

Les mesures de frottement intérieur sur deux alliages Fe 17 % Ni 0,8 % C et Fe 26 % Ni 0,3 % C, dans les conditions semblables (échantillons vierges de tout vieillissement à 77°K, vitesse de montée en température et amplitude de déformation identiques ...) montrent que (*figure III.22*) :

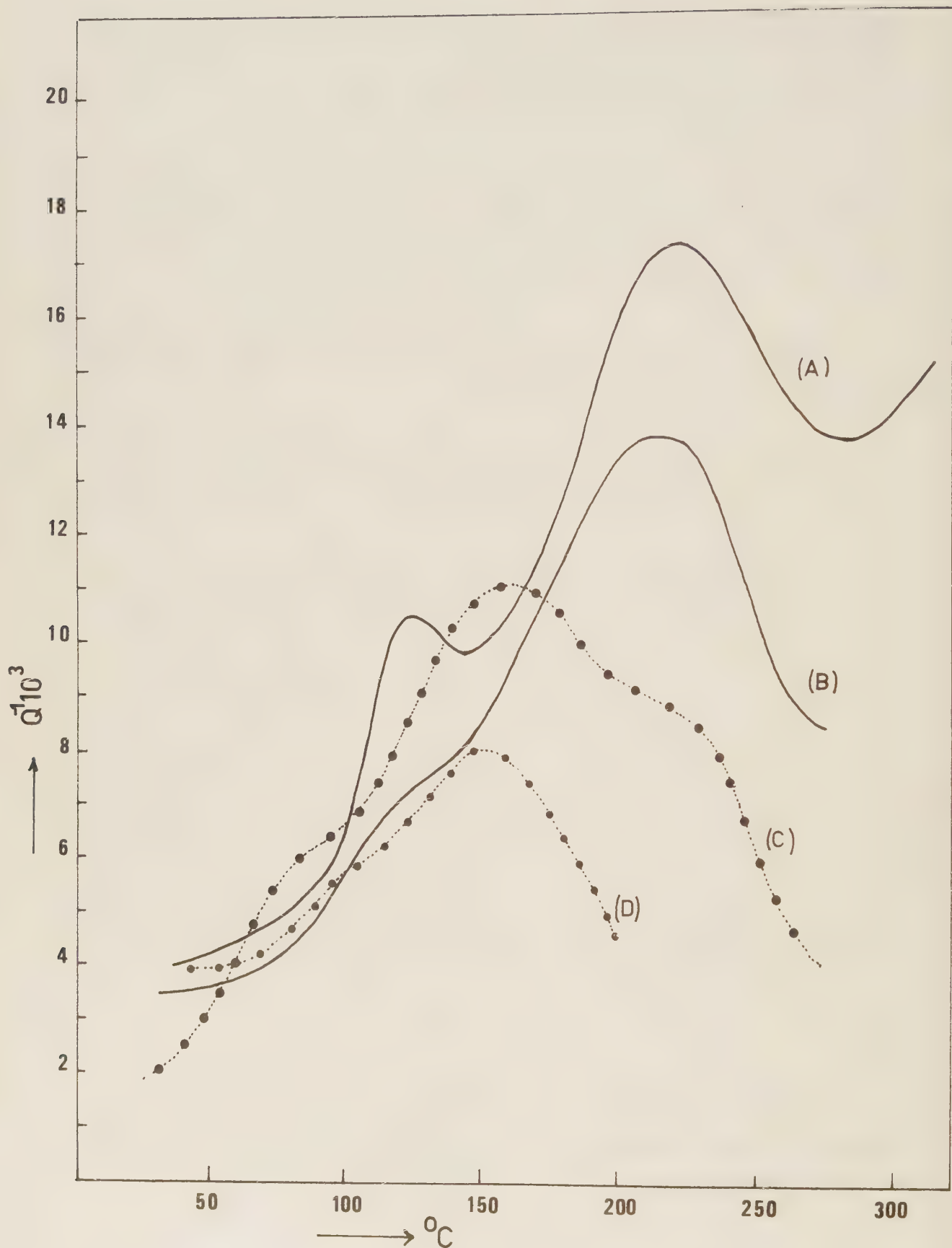


FIGURE III.23

Comparaison des spectres $Q^{-1}(T)$ des martensites FeC (A,B) FeNiC (C,D).

A : Fe 1,7 % C

B : XC 30

(C) Fe 17 % Ni 0,6 % C

(D) Fe 52 % Ni 0,5 % C.

- l'intensité du frottement intérieur est une fonction croissante de la teneur en carbone : la bosse M_4 et le pic M_5 de la martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C sont plus importantes que ceux de la martensite FeNiC contenant 0,3 % C.

Le niveau de frottement intérieur maximum, $Q_{\max}^{-1}$, est de l'ordre de 8.10^{-3} pour l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C contre 12.10^{-3} pour l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C

- la température d'apparition du pic M_5 d'un alliage à l'autre n'est pas beaucoup modifiée. Elle est comprise entre 150 et 160°C. Les mesures de frottement intérieur étant effectuées sur plusieurs éprouvettes de ces deux alliages, en moyenne, la température du pic de l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C est légèrement inférieure (de 5 à 10°C) à celle du pic de la martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C. Les imprécisions attachées à la mesure interdisent pour l'instant toute conclusion plus précise sur l'influence de la teneur en carbone sur la température d'apparition de M_5 .

Les résultats que nous avons obtenus sur deux martensites FeC (*figure III.23*) montrent également le même effet de la teneur en carbone sur la hauteur du pic trouvé vers 210°C. Cet effet a été signalé par d'autres auteurs, notamment par Pickering et Gladman (66) et par Gaillot (3) dans les études des martensites fer-carbone très peu alliées. Ces auteurs ont d'ailleurs proposé une relation linéaire entre la concentration en carbone et le niveau de frottement intérieur maximum, relation qui ne semble pas vérifiée dans le cas des martensites FeNiC considérées ici. Une telle étude quantitative, à notre avis suppose une bonne connaissance de ce qu'on appelle le fond continu. Or, l'origine de ce fond continu reste souvent obscur : s'agit-il des mouvements des dislocations, des déplacements des parois de Bloch ou de pics de joints de grains ? Ce fond continu est donc plus ou moins modifié par les variations de Q^{-1} dans les domaines des basses et des hautes températures. Dans le chapitre précédent, nous avons trouvé que le frottement intérieur dans le domaine D_1 qui est dû au mouvement des dislocations, varie notablement d'un alliage à l'autre ; par conséquent, une estimation de la hauteur des pics dans les domaines de température D_2 et D_3 basée sur un fond

continu simplifié risque d'être erronée. De plus, comme nous le verrons plus tard, la hauteur du pic M_5 dépend fortement des cycles thermiques que la martensite a déjà subis.

Influence de la fréquence

La température du pic M_5 est très sensible à la fréquence : pour deux échantillons de même composition (Fe 26 % Ni 0,3 % C par exemple) la température de M_5 peut varier de vingt à trente degrés lorsque la fréquence est doublée (*figure III.24*) ($N = 1,4$ Hz, $T_p \simeq 160^\circ\text{C}$ et $N = 0,6$ Hz $T_p \simeq 130^\circ\text{C}$). Le déplacement constaté de M_5 avec la fréquence implique une énergie d'activation relativement faible d'une dizaine de kilocalories par môle. Cette valeur est environ trois fois inférieure à celle qui est avancée dans la littérature (3, 72, 79). En fait, il faut bien remarquer qu'il s'agit d'une énergie d'activation apparente et que le pic M_5 est en réalité le résultat d'un mécanisme de frottement intérieur gouverné par un ou plusieurs temps de relaxation et d'un phénomène métallurgique de vieillissement.

En plus des raisons de principe liées au caractère apparent de l'énergie d'activation déterminée, les différences entre notre valeur et les valeurs déjà publiées peuvent être dues à :

- des différences de vitesse de montée en température et des traitements thermiques différents.
- l'existence d'une distribution de temps de relaxation.
- la présence d'austénite résiduelle.
- les microstructures différentes des martensites étudiées.

Comme l'a déjà constaté Gaillot (3), la hauteur du pic M_5 est d'autant plus grande que la fréquence est basse. Une des raisons de ces variations est sans doute liée au fait que les essais à des fréquences différentes s'effectuent à des déformations différentes avec des formes d'échantillons différentes (ici les échantillons utilisés ont pour dimensions $1 \times 5 \times 70$ et $0,7 \times 3 \times 70$ mm³).

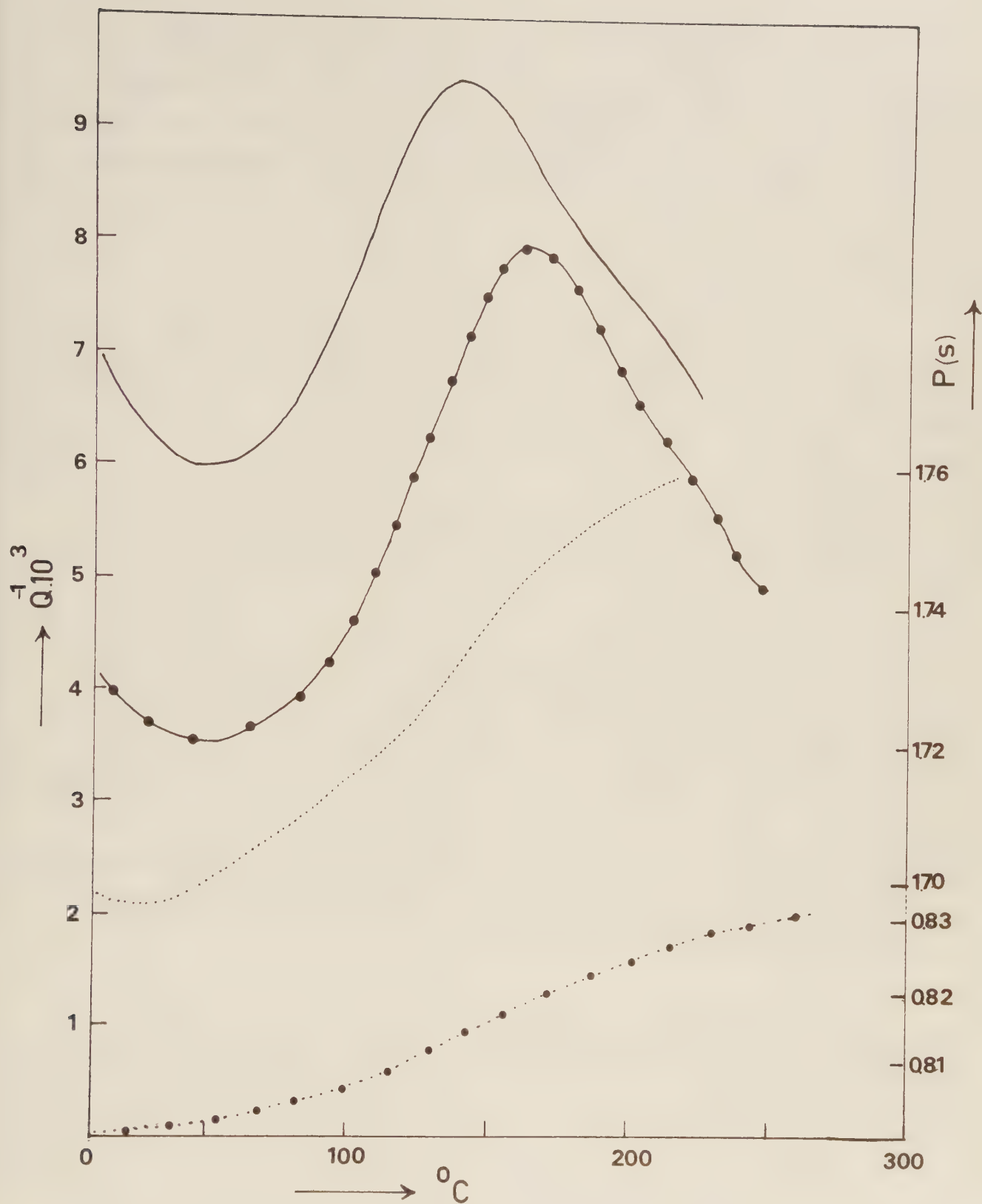


FIGURE III.24

Influence de la fréquence sur la courbe Q^{-1} (T)
Alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C

(1) : $N_1 \approx 0,58$ Hz

(2) : $N_2 \approx 1,37$ Hz

Quant à la bosse à 80°C, sa forme relativement incertaine nous a interdit de déterminer des modifications significatives de sa hauteur et de sa position avec la fréquence. Une étude sur des alliages plus riches en carbone présentant une bosse plus nette est en cours afin de déterminer l'influence de la fréquence.

Influence des cycles thermiques

L'instabilité du pic de la martensite a été observée dans le cas des alliages FeC peu alliés (3, 66). Nous l'avons étudiée dans les alliages FeNiC.

Bosse M_4

Un chauffage jusqu'à une température juste supérieure à celle de M_4 : 100°C par les martensites FeNiC et 120°C pour XC 80 suffit pour supprimer la bosse M_4 . *Les figures III. 25 et 26 illustrent ces résultats.*

On y remarque également un léger changement de courbure sur la courbe représentative de la variation de période avec la température. Au cours de deux montées successives, la courbe correspondant à la première montée est légèrement au-dessous de celle correspondant à la deuxième montée ; après le pic, elles semblent concourir. Si cette modification a un sens, elle signifie que le mécanisme responsable de M_4 entraîne une diminution du module dynamique de cisaillement G . Le fait que ces deux courbes se rencontrent après le pic indique que les causes de cette diminution du module se détruisent au cours même de la dissipation d'énergie.

Notons enfin qu'un revenu à 50°C pendant 40 minutes n'affecte pas l'apparition de la bosse M_4 . Sa hauteur a peut être diminué mais ce fait est vraiment difficile à vérifier à cause de la diminution probable du fond continu.

Pic M_5

Nous avons constaté que, pour les alliages FeNiC ainsi que pour les alliages FeC (XC 80) un recuit rapide du pic M_5 lors de la deuxième montée en température sa hauteur diminue considérablement (*figure III.26*). Le recuit semble plus important pour les alliages FeNiC que pour les alliages FeC.

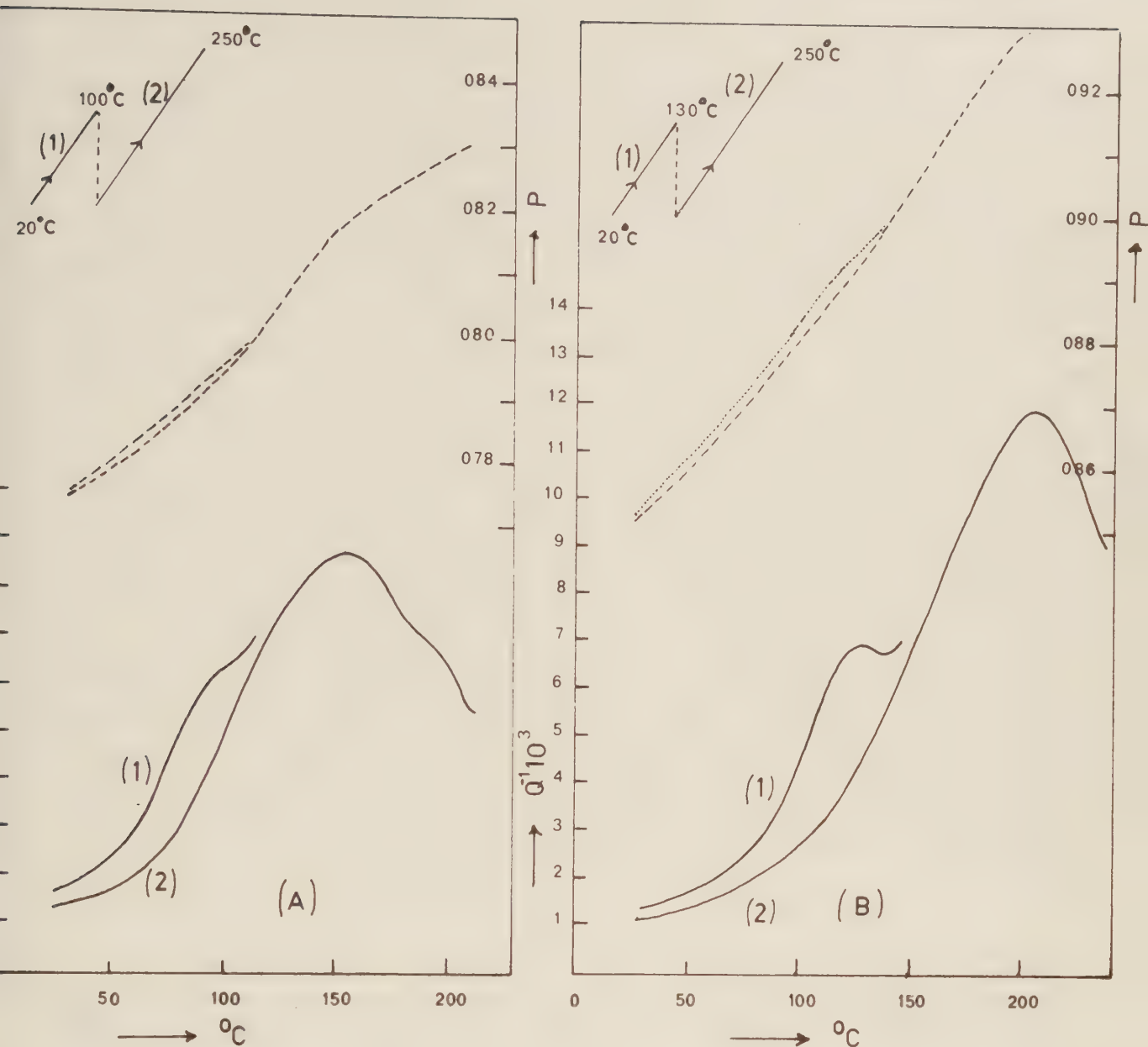


FIGURE III.25

rottement intérieur et période d'oscillation (courbes pointillées) enregistrées au cours de deux montées en températures successives.

A) Martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C : température d'arrêt de la première montée : 100°C.

B) Martensite Fe (~ 17 % C) : température d'arrêt de la première montée : 130°C.

$Q \cdot 10^3$
↑

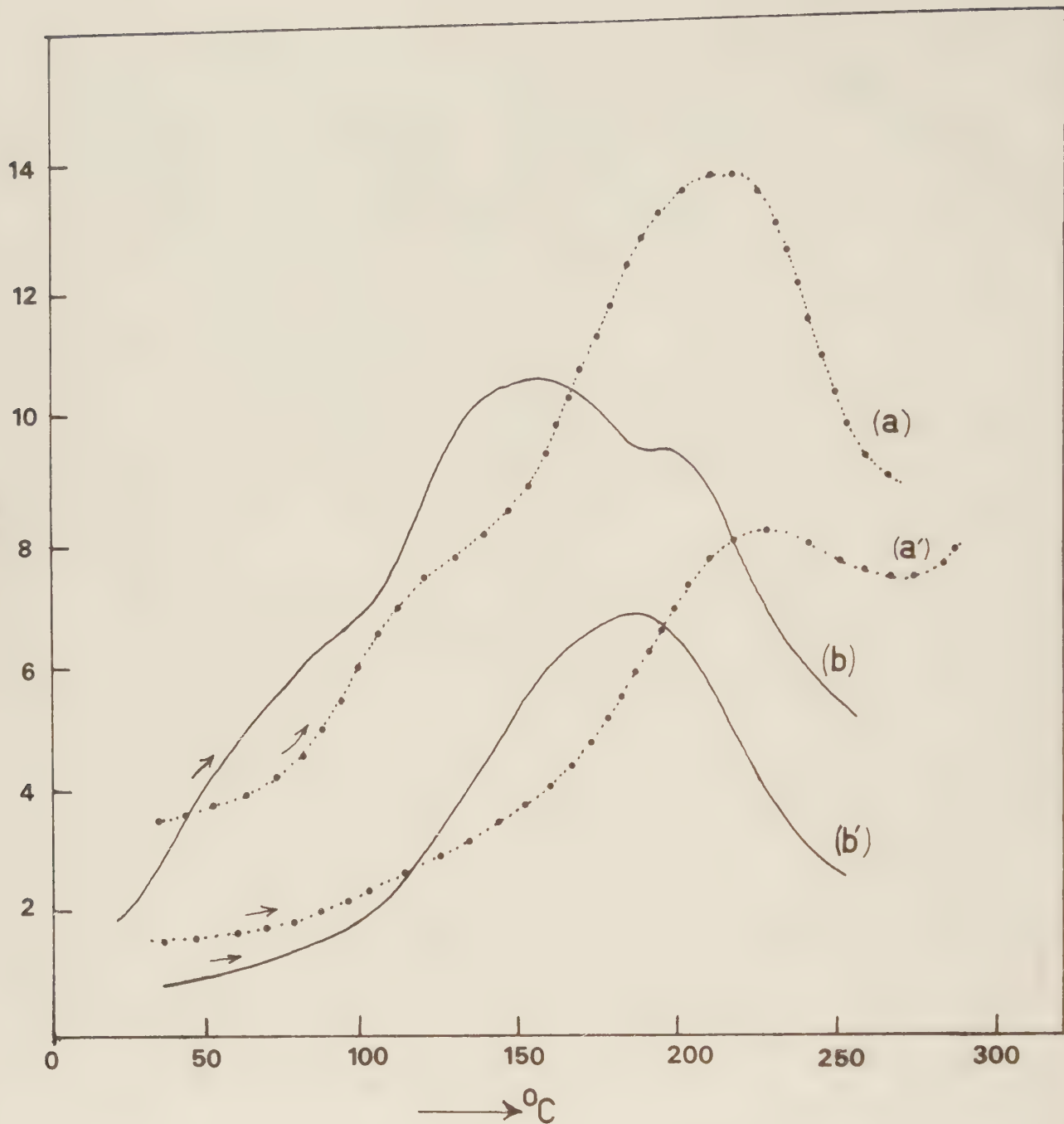


FIGURE III.26

Recuit des courbes de variation de Q^{-1} en fonction de la température.

(a,a') : correspondent respectivement à la première et la deuxième montée en température de la martensite XC 80.

(b,b') : correspondent respectivement à la première et la deuxième montée en température pour la martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C.

Il y a en outre une différence entre les modifications des courbes $Q^{-1}(T)$ relatives à ces deux sortes d'alliages :

- Pour XC 80, après une première montée jusqu'à 300°C, le pic diminue en hauteur mais sa température reste inchangée. Ce pic résiduel semble stable lors des montées en températures postérieures : Gaillot (3) l'a considéré comme la partie stable du pic de martensite obtenu après un revenu à une température supérieure à 300°C.

Pour les martensites FeNiC, en particulier pour Fe 17 % Ni 0,8 % C, par contre, lors de la première montée en température, le spectre présente un épaulement vers 200°C (*figure III.26*), au cours de la deuxième montée M_5 se déplace vers les hautes températures. Après plusieurs montées successives, nous obtenons un petit pic assez stable vers 200-220°C (*figure III.26b*). Cette température correspond à celle du pic de l'austénite. Il est donc possible que le pic stable trouvé soit celui de l'austénite résiduelle. Cet argument est cohérent avec la présence d'austénite résiduelle constatée à l'issue de la trempe. L'épaulement signalé précédemment à 200°C correspondrait alors à la contribution de l'austénite au frottement intérieur. Il est probable que la partie stable du pic observée lors du revenu des martensites FeC soit que le pic de l'austénite.

Pour l'alliage Fe 26 % Ni 0,3 % C, le déplacement du pic M_5 est moins net : nous obtenons lors de la deuxième montée en température un pic très large avec une partie à haute température importante (*figure III.27*) ; ceci rend délicate l'estimation du déplacement du pic. Néanmoins, cette observation est cohérente avec l'explication donnée précédemment : cet alliage contient très peu d'austénite résiduelle après trempe à l'azote liquide.

Les expériences précédentes montrent que l'influence du recuit est grande, que les martensites soient ou non alliées, la température et la durée de recuit jouent un rôle prépondérant dans l'évolution de la courbe $Q^{-1}(T)$.

Pour préciser ce point, ont été effectuées des montées en température interrompues et des maintiens de plus ou moins longues durées. Les résultats de ces expériences sur l'alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C sont illustrés sur la *figure III.28* :

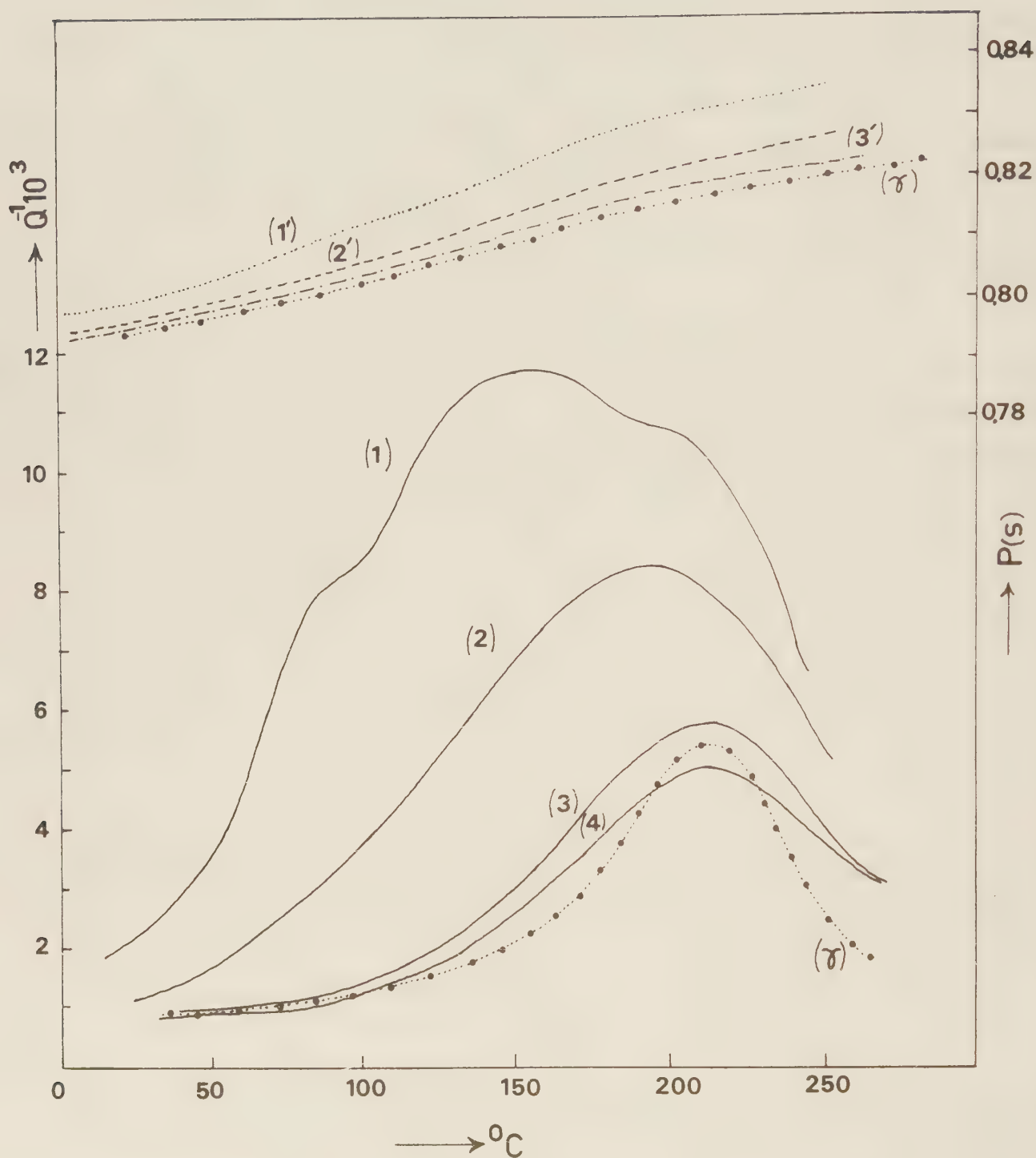


FIGURE III. 26b

Evolutions des courbes de variation de frottement intérieur et de la période d'oscillation (courbes pointillées) en fonction de la température de la martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C au cours de quatre montées linéaires de températures successives. Les courbes (γ) correspondent à l'austénite initiale.

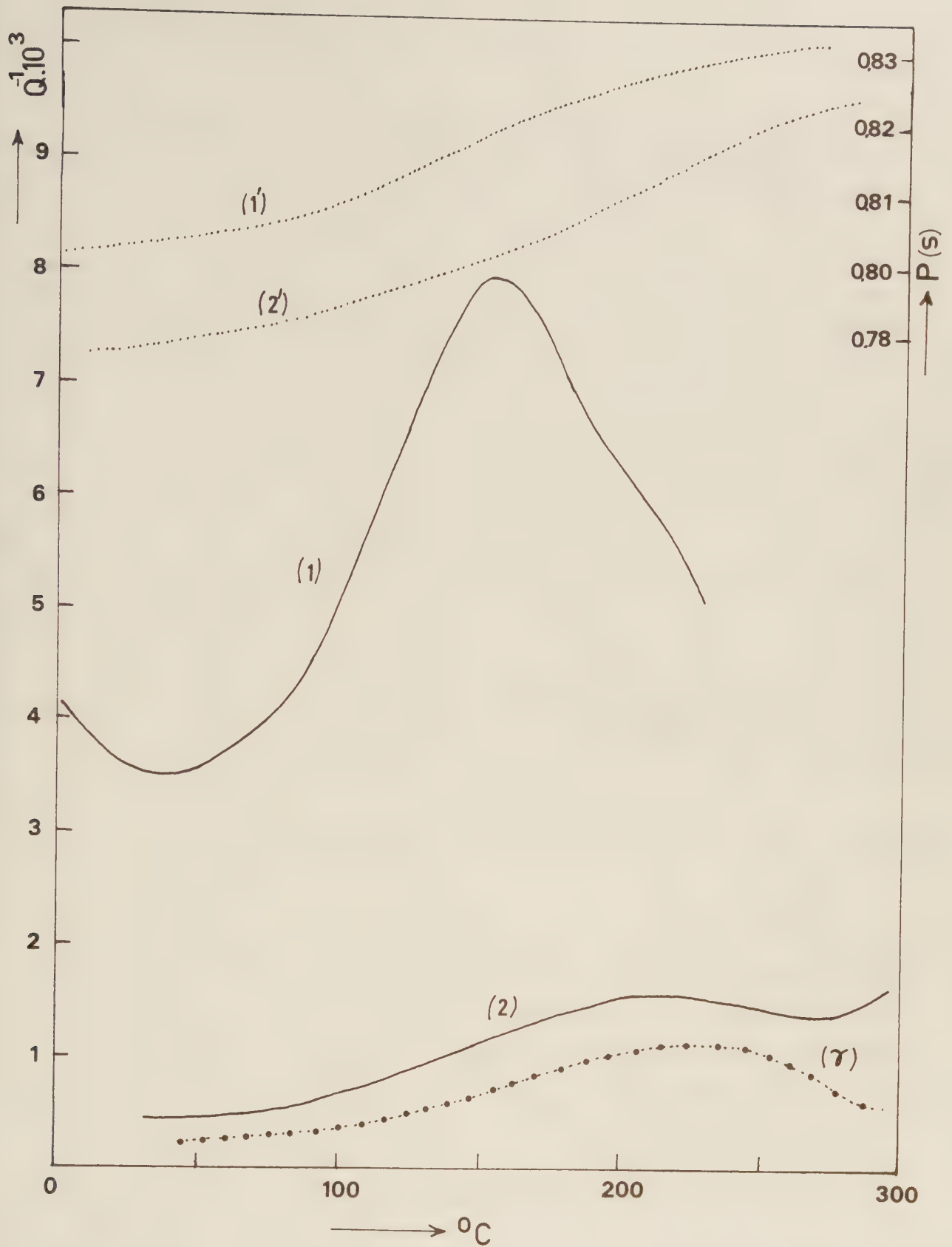


FIGURE III. 2'

Recuit du spectre de Q^{-1} de la martensite Fe 26 % Ni 0,3 % C.

Les courbes (1,1') correspondent à la première montée en température et les courbes (2,2') à une deuxième montée.

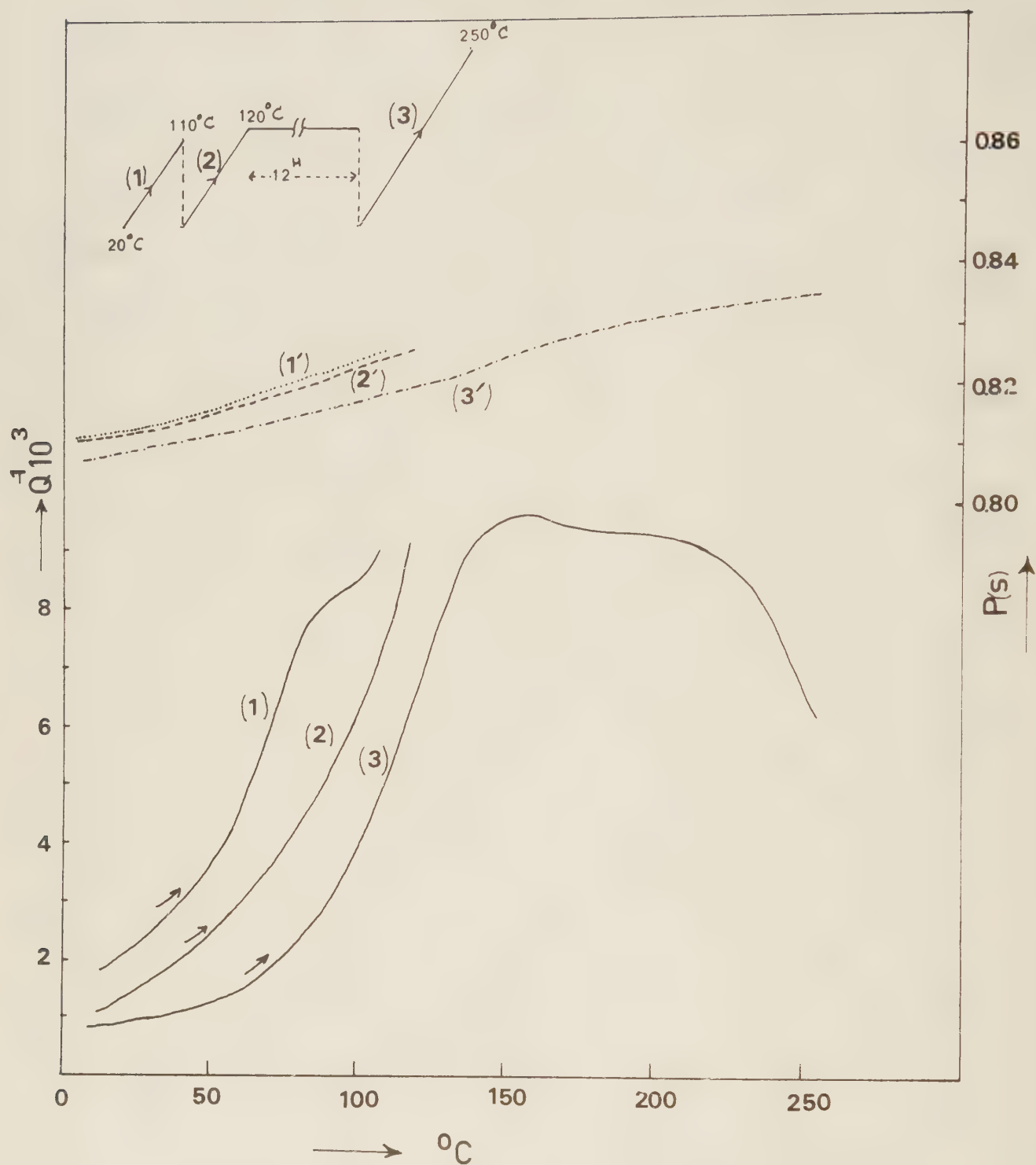


FIGURE III.28

Evolution des courbes $Q^{-1}(T)$ et $P(T)$ au cours des cycles thermiques indiqués ci-dessus.

Martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C.

- a) pour une première montée en température jusqu'à 110°C :
apparition de la bosse M_4 . Une deuxième montée jusqu'à 120°C
fait disparaître cette bosse. La courbe de variation de la
période est modifiée très légèrement.

Au cours d'une troisième montée après un maintien de l'échantillon de 12 heures à 120°C , le pic M_5 apparaît à 160°C environ mais sa hauteur diminue par rapport au pic d'échantillons n'ayant pas subi ce traitement.

- b) après une montée linéaire en température jusqu'à 160°C , on voit avec une deuxième éprouvette de Fe 17 % Ni 0,8 % C martensitique (*figure III.29*) apparaître la bosse M_4 et le sommet du pic M_5 .
- Pour une deuxième montée jusqu'à 160°C : M_4 a disparu et M_5 apparaît à la même température (160°C) mais avec une hauteur plus faible.
 - Au cours d'une troisième montée en température et après un maintien à 160°C pendant 14 heures, le niveau de frottement intérieur augmente puis atteint un palier avant de décroître vers 210°C .
 - Lors d'une quatrième montée à partir de l'ambiante, on obtient un maximum vers 210°C .

Les expériences précédentes établissent le rôle assez particulier de la température d'apparition du pic M_5 dans le recuit du spectre de frottement intérieur ; ce point a été également signalé dans le cas des martensites FeC (3) : la courbe $Q^{-1}(T)$ n'est sensiblement modifiée que pour les températures de revenu supérieures ou égales à la température de M_5 (150 à 160°C). Si le recuit du spectre de frottement intérieur des martensites FeC s'explique en partie par la précipitation de la cémentite sur les dislocations (3, 66), cette explication nous semble s'appliquer aussi bien pour les martensites FeNiC. En effet, Gridnev et Petrov (73) ont montré l'existence d'une cémentite rhomboédrique dans les martensites maclées FeNiC revenues à 150°C .

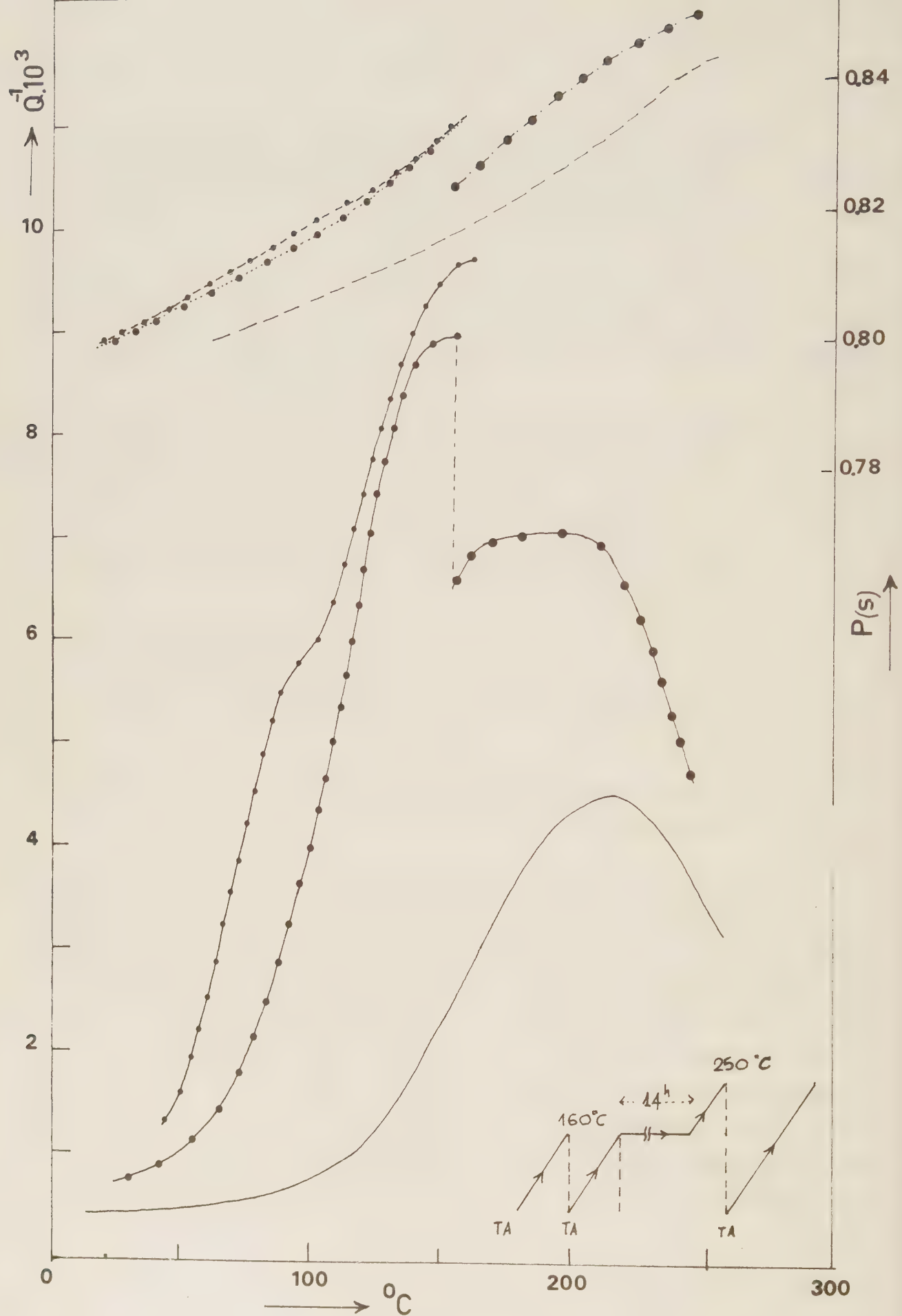


FIGURE III.29

Evolution des courbes $Q^{-1}(T)$ et $P(T)$ au cours des cycles thermiques indiqués ci-dessus.

Au cours de notre étude sur l'évolution de la courbe $Q^{-1}(T)$ de la martensite FeNiC dans les domaines D_2 D_3 , nous avons utilisé quelques éprouvettes martensitiques ayant subi différents traitements thermiques : des montées successives en température de maintiens à des températures constantes dans le domaine de D_1 (- 196 à 40°C), ces traitements ne semblent pas avoir beaucoup d'influence sur les phénomènes anélastiques à hautes températures (pic M_5). Il y a par contre une modification de l'intensité de frottement intérieur pour les éprouvettes martensitiques FeC selon les traitements thermiques subis : l'éprouvette trempée à l'azote liquide présente un pic à 210°C plus haut que celui de l'éprouvette trempée à l'eau (*figure III.30*). Cet effet est sans doute dû à la quantité plus ou moins grande de martensite formée lors des différentes trempes.

Influence de l'amplitude de déformation

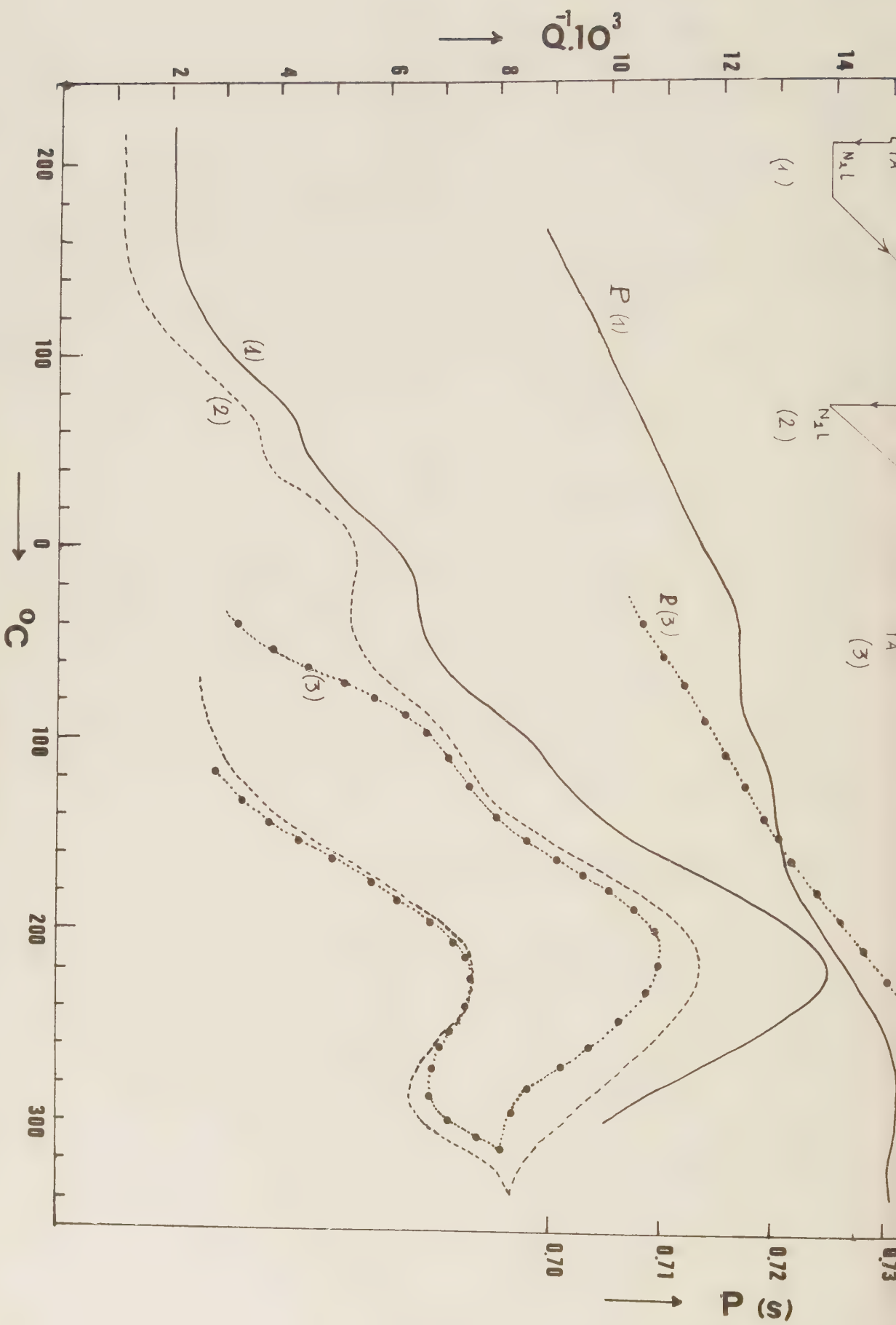
Les mesures de frottement intérieur effectuées sur les éprouvettes des alliages martensitiques FeNiC pour deux amplitudes de déformation différentes : $\epsilon_m \sim 4,5 \cdot 10^{-4}$ et $\epsilon_m \sim 8 \cdot 10^{-4}$ ne présentent aucune différence notable (*figure III.31*). Les phénomènes anélastiques dans les domaines de température D_2 et D_3 semblent donc, contrairement à ceux du domaine D_1 , indépendants de l'amplitude d'oscillation. Ce résultat renforce la similitude entre les pics de frottement intérieur à 160 et à 210°C observés respectivement sur les martensites FeNiC et FeC.

Courbes dilatométriques différentielles

Pour compléter les résultats de frottement intérieur, nous avons réalisé les courbes de dilatométrie différentielle de trois alliages martensitiques : XC 80, Fe 17 % Ni 0,8 % C et Fe 26 % Ni 0,3 % C. Les résultats sont illustrés sur la *figure III.32*. Nous constatons que : le premier stade du revenu de la martensite, caractérisé par le premier changement de pente est avancé pour les alliages FeNiC. Pour les alliages FeNiC, ce stade commence vers 50 -80°C au lieu de vers 100-150°C pour la martensite XC 80. Ce résultat semble corrélérer avec les mesures de frottement intérieur dans le domaine D_2 .

Les spectres Q^{-1} (T) et P (T) de la martensite XC 80. Les trois courbes correspondent aux trois échantillons ayant subi trois traitements thermiques différents (1, 2, 3).

FIGURE III.30



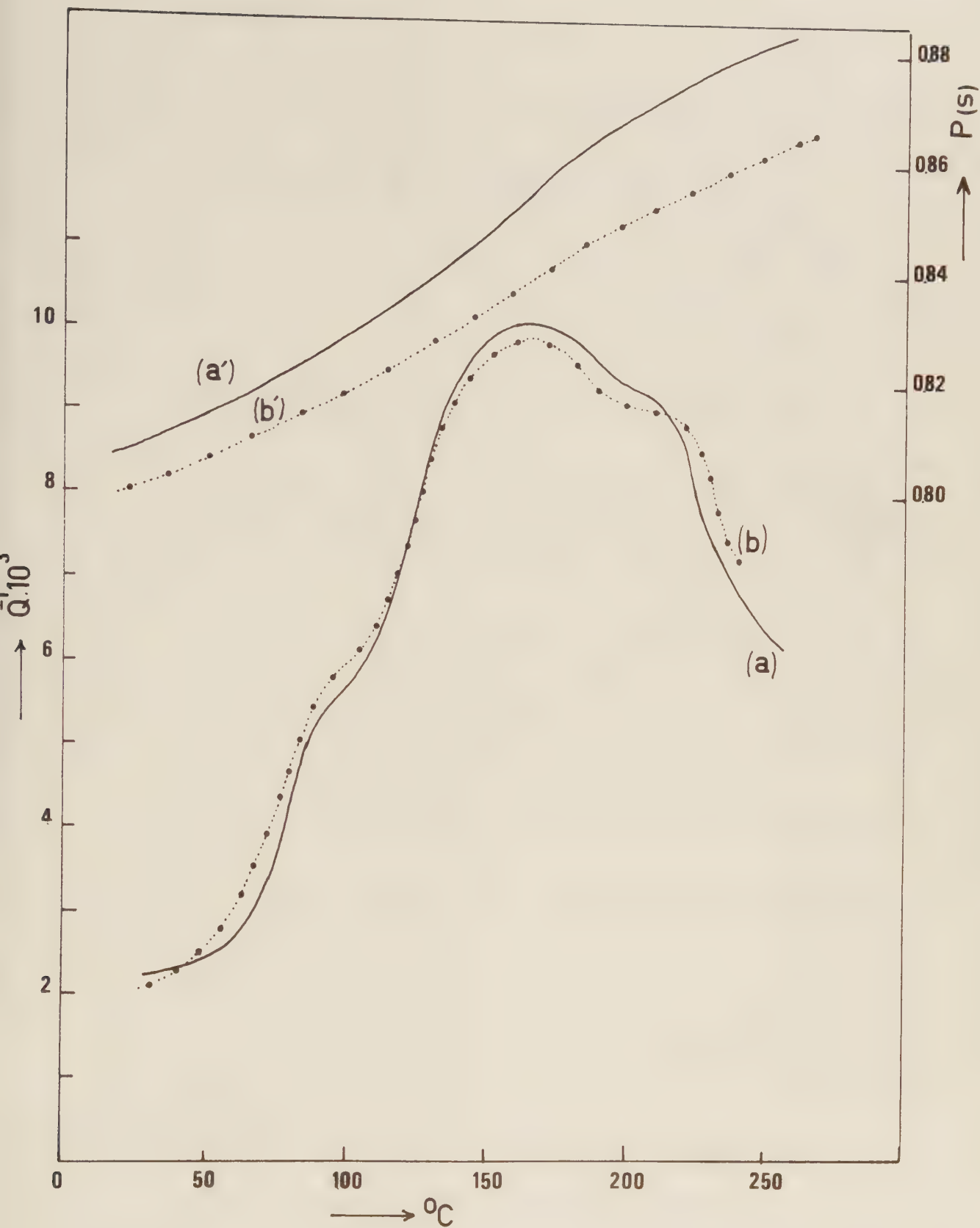


FIGURE III.31

Variations de Q^{-1} (a,b) et de la période (a',b') en fonction de la température pour deux amplitudes de déformations différentes.

$$(a,a') : \varepsilon_m \simeq 4,5 \cdot 10^{-4}$$

$$(b,b') : \varepsilon_m \simeq 8 \cdot 10^{-4}$$

Alliage Fe 17 % Ni 0,8 % C.

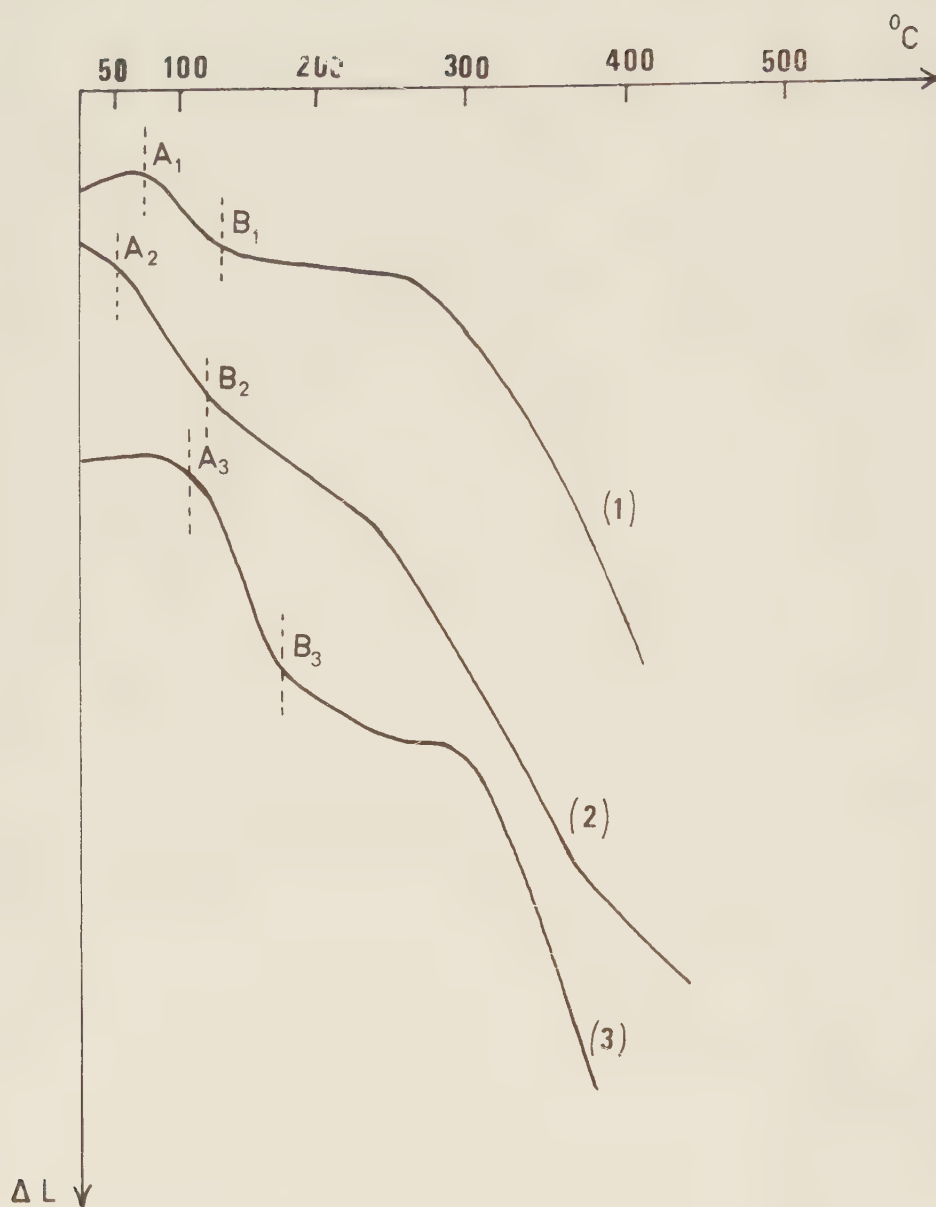


FIGURE III.32

Courbes de dilatométrie différentielle en température croissante à la vitesse de $300^{\circ}/h$.

- (1) : Alliage martensitique Fe 0,8 % C 17 % Ni
- (2) : Alliage martensitique Fe 0,3 % C 23 % Ni
- (3) : Alliage martensitique XC 10C.

A_i, B_i : précipitation du carbure ϵ
 $i = 1, 2, 3$.

La bosse M_4 dans les martensites FeNiC est à 80°C au lieu de 120°C pour les martensites FeC. On peut penser qu'il y a un lien entre la précipitation du carbure ϵ et l'apparition de la bosse M_4 .

Nous vérifions par ces mêmes courbes qu'il n'y a pas encore de changement structural important à 160°C pour FeNiC et à 210°C pour la martensite XC 80.

III.2.2.2 Discussions et interprétations des phénomènes anélastiques relatifs aux domaines D_2 et D_3

Les résultats que nous avons obtenus montrent que les "pics" M_4 et M_5 observés lors du revenu des martensites FeNiC possèdent pratiquement les mêmes caractéristiques que celles des pics des martensites FeC peu ou pas alliées :

- l'apparition du pic M_5 s'accompagne d'une diminution du module dynamique de cisaillement.
- la hauteur des pics dépend fortement de la teneur en carbone.
- les pics sont irréversibles.
- la température du pic M_5 croît quand la fréquence d'oscillation croît.
- l'amplitude de déformation n'a pratiquement pas d'influence sur les pics.

Il faut cependant remarquer que :

- le spectre $Q^{-1}(T)$ des martensites FeNiC est déplacé d'environ 40° vers les basses températures par rapport à celui des martensites FeC.
- la hauteur du pic M_5 est réduite par la présence de nickel.

Dans l'exposé des résultats expérimentaux nous n'avons pas séparé les domaines D_2 et D_3 cela est dû au fait que les "pics" M_4 et M_5 apparaissent à des températures sensiblement différentes en fonction de la présence ou de l'absence de nickel.

En fait, comme nous allons le voir, les pics M_4 et M_5 sont de natures différentes et nous allons en discuter séparément.

III.2.2.2.1 Discussion et interprétation du phénomène observé dans le domaine D_2

Dans le domaine D_2 qui va de l'ambient à 130°C , plusieurs phénomènes métallurgiques ou mécaniques peuvent être à l'origine de la bosse M_4 :

- la mise en amas des atomes de carbone détectée par Flinn et Génin grâce à la spectrométrie Mössbauer (33 à 35).
- la précipitation du carbure ϵ qui constitue le premier stade de revenu de la martensite ($100 - 170^\circ\text{C}$).
- la réorientation des atomes de carbone sous l'action de la contrainte (type Snoek).
- le mouvement des dislocations qui constitue une partie du fond continu.

Tout d'abord, on peut écarter la mise en amas des atomes de carbone comme cause possible de la bosse M_4 . En effet, ce phénomène qui débute vers 0°C est pratiquement terminé vers 40°C (35).

Une des premières interprétations du pic à 130°C des martensites FeC a été donnée par Kê et ses collaborateurs (67, 68). Ces auteurs ont attribué ce pic à la précipitation de carbure ϵ . D'autres auteurs (62) ont adopté cette interprétation. Le mécanisme associé au pic n'a cependant pas été détaillé. Ce serait la cohérence du carbure epsilon qui serait responsable de ce pic, une destruction de cette cohérence entraînerait une décroissance de l'intensité du pic voir sa disparition. La présence de la bosse M_4 dans le domaine de températures de précipitation renforce l'hypothèse précédente. Cependant, il n'est pas possible de rendre compte de la disparition du pic après une montée interrompue à la température du pic (150°C pour les martensites fer-carbone (3) et 100°C pour FeNiC).

McGrath et Rawlings (74) ont proposé une autre interprétation fondée sur la perte de cohérence du carbure ϵ pendant le revenu : le mouvement des dislocations créées à l'interface serait alors responsable de la dissipation

d'énergie. Cette interprétation peut sembler plus plausible que celle avancée par Kê (68) mais n'explique pas l'existence d'une bosse analogue dans la martensite FeN (42). En effet, les précipités de nitrure α'' qui apparaissent dans la martensite fer-azote sont cohérents jusqu'à 200°C (75). Il nous semble donc que ni la cohérence ni la perte de cohérence de carbure ϵ ne sont à l'origine du phénomène anélastique observé. Par contre, le caractère irréversible de l'épaulement M_4 inspire une interprétation liée de près à la précipitation ou à la préprécipitation. De plus, la corrélation entre les résultats de frottement intérieur et ceux de dilatométrie différentielle renforce l'idée d'un lien entre ces deux phénomènes.

En définitive, l'origine du frottement intérieur dans le domaine D_2 est liée à la précipitation de carbure dans les martensites au carbone et à la précipitation de nitrure dans les martensites à l'azote, mais ce n'est pas le caractère cohérent ou incohérent des précipités qui joue le rôle prépondérant.

Une autre interprétation de M_4 fondée sur le recuit du fond continu a été récemment avancée par Gaillot (3). Le terme de fond continu est en général considéré comme résultant de plusieurs facteurs pour la plupart mal connus :

- le réseau de dislocations et son piégeage qui a fait l'objet de notre étude dans le domaine D_1 .
- la partie basse température des pics de joints de grains.
- le bruit de fond dû à l'appareillage qui est en principe pratiquement indépendant de la température.
- ...

Dans le domaine D_1 , le frottement intérieur de la martensite fraîchement trempée est considérable et variable suivant les nuances de martensites, il est important pour l'alliage Fe 26 % N 0,3 % C ($Q_{\text{max.}}^{-1} \sim 6.10^{-3}$ à - 50°C et $\sim 3.10^{-3}$ à 20°C). Pour cet alliage, la bosse M_4 n'est pas toujours observable elle peut en effet être masquée par le niveau de frottement intérieur responsable des phénomènes observés dans D_1 . Par contre, M_4 apparaît toujours pour la martensite Fe 17 % Ni 0,8 % C qui a un niveau de frottement intérieur beaucoup moins important dans le domaine D_1 .

Quant aux pics de joints de grains, il semble que la présence d'éléments substitutionnels les repousse vers les températures élevées (49). La comparaison des niveaux de frottement intérieur à haute température des martensites FeNiC et FeC (*figure III.23*) semble prouver que cette remarque est vraie également en présence de nickel. Si la bosse M_4 était liée au début du pic de joints de grain, elle devrait apparaître, pour les martensites FeNiC, à une température supérieure ou égale à 120°C (bosse dans FeC) ce qui est contraire à l'expérience.

Donc, à lui seul, le recuit du fond continu est insuffisant pour expliquer l'existence de M_4 .

Examinons maintenant une autre origine du pic M_4 : les sauts d'atomes de carbone apparentés à ceux qui sont responsables de l'effet Snoek dans la ferrite. Sauf dans la martensite fer-azote (41), cette possibilité est rejetée. En effet, on considère que seule une famille de sites octaédriques O_z est occupée par les atomes de carbone, ceci correspond à une valeur très voisine de 1 du paramètre d'ordre calculé par Zener (76) et par Khachaturyan et Shalalov (77).

En fait, puisque le carbone, ou l'azote, diffusé à partir de températures inférieures à la température ambiante, une fraction ϵ des interstitiels n'est pas en site octaédrique de type z. La diffusion impose en effet un passage par des sites octaédriques de type x ou y et par des sites tétraédriques (78, 79).

La fraction ϵ est une fonction de la température $\epsilon = \epsilon(T)$ pour deux raisons :

- l'écart d'énergie h entre les sites O_z et O_x ou O_y conduit à une distribution statistique de type :

$$\epsilon(T) = \exp \left(- \frac{h}{kT} \right)$$

- la martensite, solution solide hors d'équilibre évolue au cours des premiers stades de revenu, la densité d'interstitiels libres d varie. L'énergie h est fonction également de la densité d'interstitiels libres et varie ainsi avec la durée et la température du maintien.

Dans une première étape, supposons qu'aucun phénomène de mise en ordre et de préprécipitation n'ait lieu, c'est-à-dire que la martensite reste jusque vers 120°C pratiquement identique à la martensite vierge. D'après les calculs de Johnson (79), fondés sur des potentiels d'interaction atomique, l'écart h entre les potentiels relatifs à des positions octaédriques Z et X ou Y est une fonction croissante de la concentration en interstitiels. Cette différence est de quelques dixièmes d'électron-volt. Comparée à la différence d'énergie voisine de 10^{-4} eV produit du volume d'activation par la contrainte responsable de l'effet Snoek dans la ferrite, la quantité h est très importante et semble à elle seule expliquer pourquoi le pic de Snoek serait très improbable dans la martensite sauf peut être dans les martensites à très bas carbone (80, 81). En fait, cet argument nous semble insuffisant (41). En effet, si la martensite n'est pas trop riche en interstitiels, la fraction $\varepsilon \sim \exp(-\frac{h}{kT})$ peut correspondre à des concentrations d'interstitiels égales ou supérieures aux concentrations d'interstitiels dans la ferrite. Si les volumes d'activation sont comparables pour la ferrite et la martensite, les flux d'interstitiels de Z vers X ou Y (ou inversement) sont comparables à ceux que l'on observe dans la ferrite. Une intensité de relaxation sensible due à la diffusion des interstitiels est donc possible dans la martensite.

Que ce phénomène n'ait pas été observé nettement est essentiellement lié au fait que la distribution des interstitiels de la martensite brute de trempe n'existe plus à la température à laquelle pourrait apparaître le pic de Snoek, c'est-à-dire de 50 à 100°C au-dessus du pic de Snoek de la ferrite puisque l'énergie d'activation de la diffusion est augmentée de quelques 10 %.

Il faut donc tenir compte de la variation de la densité d'interstitiels libres.

En-dessous de 20°C, les atomes de carbone forment des amas de quelques atomes (33, 34, 35), ce qui réduit la densité d'interstitiels libres. A plus haute température, les précipités de carbure ε se forment au dépend des germes sub-critiques. La destruction de ces amas sub-critiques fournit une certaine densité d'interstitiels libres. Du point de vue des phénomènes anélastiques, les interstitiels sont caractérisés par un temps

de relaxation τ . τ dépend de la hauteur h du col d'énergie pour la diffusion h varie au cours du traitement thermique puisque la tétragonalité tend à diminuer. Plutôt que de tenir compte des variations de d et de ε avec le traitement thermique nous prenons en considération la densité d'interstitiels caractérisés par $\tau : D(\tau)$. Comme nous l'avons vu dans la discussion des phénomènes relatifs au domaine D_1 , il faut de nouveau prendre en considération un facteur métallurgique caractérisé par une distribution de temps de relaxation, fonction du temps et de la température. Il faut souligner que l'évolution de $D(\tau)$ au cours du traitement thermique rend compte du caractère irréversible des phénomènes observés et des profils complexes des courbes $Q^{-1}(T)$ et $P(T)$. Que l'on soit obligé à nouveau de tenir compte de distributions variables au cours des cycles thermiques est simplement la traduction du caractère fortement métastable de la martensite et de la rapidité des phénomènes de diffusion.

Pour la martensite brute de trempe, la densité de temps de relaxation est importante pour une valeur initiale τ_i telle que $\omega\tau_i \sim 1$ au voisinage de 100°C . ω est la fréquence du pendule et la condition $\omega\tau = 1$ correspond au maximum de l'intensité de relaxation. En fin d'expérience, c'est-à-dire après avoir dépassé M_4 , vers $120-150^\circ\text{C}$, les interstitiels libres qui restent sont caractérisés par une valeur τ_f qui se rapproche du temps de relaxation du carbone dans la ferrite mais $D(\tau_f)$ tend vers zéro car les interstitiels sont combinés dans les précipités de carbure ε ou piégés sur des défauts du réseau. A des températures intermédiaires entre 0 et 150°C , la valeur moyenne des temps de relaxation $\bar{\tau}$ varie de τ_i à τ_f alors que la densité $D(\bar{\tau})$ a commencé par diminuer du fait de la formation d'amas et a repris une valeur appréciable lors de la redissolution des amas. Cette variation de $D(\bar{\tau})$ et la "diminution" de $\bar{\tau}$ explique la "bosse" irréversible M_4 située entre 20 et 150°C . Il y a bien une corrélation entre M_4 et la précipitation du carbure ε . L'effet du nickel en particulier s'explique assez bien : d'une part il accélère la diffusion du carbone dans la martensite et la ferrite, d'autre part, en relation avec le phénomène précédent, il accélère la précipitation du carbure ε (82, 83). Les effets sur τ et sur $D(\bar{\tau})$ vont donc dans le sens d'un abaissement de la température de M_4 ce qui est observé. La densité D est une fonction croissante de la concentration en carbone ce qui explique en outre que la hauteur de M_4 soit d'autant plus grande que la concentration en carbone est élevée.

III.2.2.2.2 Discussion et interprétation du pic M_5 (domaine D_3)

Les différents modèles proposés pour le pic M_5

Dans les métaux cubiques centrés contenant des interstitiels, l'écrouissage est à l'origine d'un pic de frottement intérieur dit pic d'écrouissage (69). En effet, pour le fer α contenant du carbone, l'écrouissage entraîne la présence d'un pic vers 210°C température voisine de celle du pic M_5 observé dans les martensites les plus fréquemment étudiées, c'est-à-dire M_5 très supérieure à la température ambiante (3, 63 à 66). L'origine du pic M_5 a donc été considérée comme identique à celle du pic d'écrouissage dit également pic de Köster ou pic de Snoek-Köster (69).

Deux sources de dissipation d'énergie ont été envisagées :

- la réorientation d'atomes de carbone
- le mouvement des dislocations.

Le premier type d'interprétation proposé par Köster (69) pour le pic d'écrouissage est fondé sur une redistribution des atomes de carbone de type Snoek (84) dans le champ de contrainte des dislocations. Ce modèle est critiqué car il semble incapable d'expliquer l'absence d'effet d'orientation, en outre, la hauteur du pic n'est pas une fonction linéaire croissante de la teneur en carbone (85).

Dans la martensite, Piguzov et al. (63) ont alors suggéré que le pic à 210°C est dû à la superposition de deux phénomènes :

- diffusion des atomes de carbone dans l'austénite résiduelle
- migration des atomes de carbone vers les dislocations de la martensite.

Les résultats que nous avons obtenus dans des échantillons parfaitement austénitiques démontrent le bien fondé d'une dissipation d'énergie à 210°C dans l'austénite résiduelle. Par contre, la migration des interstitiels vers les dislocations de la martensite ne suffit pas à expliquer le frottement intérieur dans la martensite au frottement intérieur. En effet, si le mécanisme responsable du pic était une migration du carbone vers les dislocations, on

devrait observer une forte diminution de Q^{-1} lorsque l'on abaisse la vitesse de montée en température de façon à conserver pratiquement constante la quantité d'énergie dissipée par ce mécanisme. Or, nos expériences ont montré que la hauteur du pic M_5 est sensiblement la même ($\sim 8.10^{-3}$) pour deux montées en températures à deux vitesses différentes (150°C/h et 75°C/h).

Tamura et al. (64) ont suggéré un autre mécanisme fondé sur le mouvement des dislocations gouverné par la redissolution de microprécipités de taille sub-critique. Le frottement est alors fourni par :

$$Q^{-1} = \frac{1}{2} \frac{\lambda}{kT_P} \frac{A}{B} \frac{G}{b} \frac{C_o}{(L_1^{-2} + L_2^{-2})\pi^2}$$

où :

L_1 et L_2 baptisés "longueurs de relaxation" correspondent à l'amplitude du mouvement de la dislocation,

$\frac{A}{B}$ est inversement proportionnel au degré de piégeage de dislocations par les microprécipités.

C_o est la concentration en carbone dans la matrice.

T_P est la température du pic.

Par la dimension qu'il suggère pour les précipités de carbures : 8 Å, ce qui est peu réaliste (65), ce modèle n'est pas parfaitement satisfaisant. De plus, le modèle précédent prédit une diminution du frottement intérieur quand le degré de piégeage croît, donc quand la teneur en carbone croît, ceci ne s'accorde ni avec nos résultats expérimentaux ni avec ceux de Gaillet (3) obtenus lors de l'écrouissage à chaud des martensites fer-carbone. Enfin, l'expression du temps de relaxation donné par ce modèle impliquerait une diminution continue de la température du pic avec la teneur en carbone ce qui apparemment n'est pas vérifié sur les martensites fer-carbone (3) et en particulier sur les martensites fer-nickel-carbone que nous avons étudiées.

Schoeck (45) a lui aussi adopté le mouvement des dislocations comme origine du frottement intérieur dans le fer α écroui mais il considère que le

mouvement des dislocations est contrôlé par la diffusion de l'atmosphère d'interstitiels qui les entoure. Les hypothèses précédentes conduisent à un mécanisme de relaxation caractérisé par des temps de relaxation :

$$\tau = \frac{l_o}{8\beta} \frac{kT}{D\Delta l}$$

où β est la tension de ligne des dislocations, l_o est la longueur moyenne des dislocations tandis que Δl et D sont respectivement l'écart moyen et le coefficient de diffusion du carbone dans l'atmosphère d'interstitiels entourant les dislocations. L'intensité de relaxation est alors déterminée par $\beta \Lambda l_o^2$ où Λ est la densité de dislocation.

Le modèle de Schoeck ainsi proposé, permet d'expliquer la dépendance de la température du pic avec la concentration en interstitiels ou le degré de déformation. Cependant, une critique approfondie de ce modèle a été effectuée par Ino et Sugeno (35) :

- la variation de l'intensité de relaxation avec la concentration en carbone et la température de déformation est en contradiction avec les résultats expérimentaux.
- les énergies d'activation prévues par le modèle de Schoeck (1,3 à 1,4 eV) assimilée à la somme de l'énergie de la diffusion pour le carbone dans le fer α et de l'énergie de liaison carbone-dislocation sont sensiblement inférieures aux valeurs déterminées expérimentalement (1,4 à 1,9 eV).

Pour surmonter ces contradictions, Ino et Sugeno considèrent un facteur correctif lié aux contraintes internes.

Une étude approfondie de l'application des modèles précédents à la martensite a été faite par Gaillot et Gobin (10). En tenant compte des corrections de contraintes internes proposées par Ino et Sugeno au modèle de Schoeck Gaillot et al. (3, 10) ont obtenu les expressions suivantes du frottement intérieur et du temps de relaxation :

$$Q^{-1} = \frac{\gamma \Lambda m}{S} l_o^2 \int_0^\infty \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \frac{Z^3 \bar{\rho}(Z) dZ}{5Gb^2 - \bar{a} l_o^2 Z}$$

$$\tau = \frac{9\pi R^2 C_d kT l_o^2 Z^2}{n 4\sqrt{3} D_o b^3 (5Gb^2 - \bar{a}^2 Z l_o^2)} \exp \frac{U}{kT}$$

où

γ : le facteur d'anisotropie

Λ_m : densité de dislocations mobiles

l_o : longueur de boucle moyenne

$$Z = \frac{1}{l_o}$$

$\bar{\rho}(Z)$: fonction de partition des longueurs de boucles

$\bar{a}$: gradient de contraintes internes

b : vecteur de Burgers

C_d : concentration en carbone sur les dislocations

n : nombre d'atomes du carbone appartenant à un regroupement sur les dislocations

U : énergie d'activation apparente

L'énergie d'activation apparente, compte-tenu des interactions dislocation-carbone et dislocation-regroupement à très courtes distances, est donnée par :

$$U = U_o + U_{DC} + U_{DR}$$

où :

U_o : énergie de diffusion du carbone dans la matrice

U_{DC} : énergie de liaison dislocation-carbone

$$U_{DC} = 0,46 \frac{b}{r} \text{ eV}$$

U_{DR} : énergie de liaison dislocation-regroupement

Le fait de considérer des petits regroupements de deux ou trois atomes de carbone conduit donc à une énergie d'activation comprise entre 1,35 et 1,92 eV compatible avec les observations expérimentales (3, 10).

Ces expressions ont permis à Gaillot d'expliquer l'évolution du frottement intérieur et du temps de relaxation lors du revenu et de l'écrouissage. Il a reconnu cependant que ce modèle n'est pas tout à fait satisfaisant, en particulier pour expliquer le rôle plutôt prépondérant du carbone dans la dissipation d'énergie.

La revue des modèles proposés ou adaptés aux phénomènes anélastiques observés dans les martensites montre qu'il n'y a pas, pour l'instant, de modèle capable d'expliquer tous les résultats expérimentaux, en particulier l'existence de deux pics à 160 et à 210°C respectivement dans les martensites FeNiC maclées et FeC non maclées.

Gladman et Pickering (66) ont expliqué cet écart de températures d'apparition par une différence entre les densités de dislocations des alliages martensitiques mais leur tentative d'interprétation est contredite par les résultats obtenus sur différentes nuances de martensites FeNiC par Gibala et al. (86) et par nous-même.

Les remarques que nous avons faites sur les modèles proposés et sur les résultats expérimentaux nous ont conduit à chercher l'origine du pic M_5 en relation étroite avec la microstructure de la martensite étudiée. En effet, les martensites FeNiC faisant l'objet de notre étude et qui ont une température M_s au-dessous de l'ambiante sont des martensites maclées tandis que celles qu'utilisent d'autres auteurs (3, 63 à 66) sont des martensites cisailées par glissement. Nous constatons donc une corrélation entre la microstructure de la martensite et la température d'apparition du pic M_5 : pour une martensite maclée, M_5 apparaît à 160°C, il est à 210°C pour une martensite non maclée.

Pour Gibala et al. (86), le mouvement des joints de macle serait à l'origine du pic à 160°C des martensites à basse température M_s et le mécanisme responsable du frottement intérieur serait spécifique et sans doute différent de celui responsable à 210°C des martensites à température M_s élevée. La méconnaissance de la nature exacte des joints de macle ne nous permet pas d'approfondir ce modèle sur lequel nous ne disposons que de très peu d'informations. Cependant, la similitude de comportement expérimental établie ici et ailleurs (3, 66) de ces deux pics apparaissant à 160 ou à 210°C suivant le mode de cisaillement nous incite à penser que ces deux pics sont de même nature.

Interprétation proposée pour le pic M_5

La difficulté d'identifier la source de dissipation d'énergie :

mouvement des atomes de carbone ou mouvement des dislocations, est liée au fait expérimental que la présence de ces éléments est nécessaire à l'obtention du pic M_5 .

Dans ce qui suit, nous allons examiner les différents facteurs qui, à notre avis, peuvent modifier les caractéristiques du pic M_5 .

- a) La différence de température d'apparition est liée à une différence de microstructure de la martensite et le rôle du nickel n'est qu'indirect.

Le nickel a deux effets sur le phénomène anélastique observé :

- l'un direct : modification de la diffusion du carbone et de la mobilité des dislocations
- l'autre indirect : stabilisation de la phase austénitique ce qui favorise le maclage au dépens du glissement lors de la transformation martensitique.

Il est difficile de séparer les deux influences. Quel est l'effet du nickel, la microstructure restant inchangée ? En-dessous de la température ambiante et vers 100°C nous avons vu que le nickel abaisse la température des pics de frottement intérieur, on peut donc penser qu'il facilite la diffusion du carbone et augmente la mobilité des dislocations. Ce point de vue est en accord avec :

- les résultats de Kurdjumov (82) et de Bernshteyn et Laptev (83) qui établissent par diffraction des rayons X une accélération des phénomènes de décomposition de la martensite.
- les conclusions de Hildebrand et al. (60) sur la réduction des forces de Peierls en-dessous de la température ambiante établie à partir des propriétés mécaniques des alliages fer-nickel.
- les résultats de Hyspecka et Mazanec (87) sur l'influence du nickel sur la mobilité des dislocations.
- l'abaissement de la température du pic de Snoek en présence du nickel observé par Jackson et Windchell (70) et Hahn (71).

Nous constatons que les effets du nickel sur la mobilité des dislocations ou des atomes de carbone conduisent au même résultat : abaissement de la température du pic M_5 . Cependant, nous n'avons observé qu'un déplacement peu significatif du pic M_5 lorsque la concentration en nickel varie de 17 à 26 %. Ce résultat confirmé par les observations de Gibala et al. (86) nous montre bien que la température du pic M_5 est essentiellement déterminée par la microstructure de la martensite.

b) Le modèle de Schoeck et l'influence de la microstructure sur la température d'apparition du pic.

Nos résultats expérimentaux (influences de la teneur en carbone, de la fréquence, de l'amplitude de déformation, étude de la largeur du pic M_5 , de l'irréversibilité de M_5) montrent que les mécanismes de dissipation d'énergie responsable de ce pic sont identiques à 160 et à 210°C. La différence entre les énergies d'activation apparentes déterminées pour le pic à 160 ou à 210°C n'est pas significative, en effet cette grandeur est déterminée avec une grande imprécision par suite de la rapidité avec laquelle le pic se recuit. Une relation du type Wert et Marx (88) conduirait à une valeur d'énergie d'activation de 31 kcal/mole pour le pic à 160°C si l'énergie d'activation relative au pic à 210°C est bien de 35 kcal/mole.

La méconnaissance de la structure du joint de macle et de sa mobilité nous interdit pratiquement de fonder une interprétation sur le rôle éventuel du joint de macle (85). Par contre, si les dislocations jouent bien un rôle fondamental, la différence entre les dislocations imparfaites de vecteur Burgers $\frac{a}{6} \langle 111 \rangle$ et $\frac{a}{3} \langle 111 \rangle$ présentée dans la martensite maclée et les dislocations parfaites $\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$ de la martensite cisailée par glissement, peut expliquer la différence des températures du pic M_5 .

La différence d'énergies d'activation carbone-dislocation suivant que la dislocation est parfaite ou imparfaite est bien voisine de 0,2 eV comme laisse supposer un modèle élastique rudimentaire ($U_{DC} = 0,46 \frac{b}{r}$ eV). Cette différence d'énergie est en accord avec la différence par la loi de Wert et Marx (88).

c) Argument en faveur d'un mécanisme dû à la redistribution des atomes de carbone dans le champ de contrainte des dislocations.

Il est intéressant de s'interroger sur l'origine réelle du frottement intérieur. Le modèle de Schoeck est fondé surtout sur le mouvement des dislocations, dans ce modèle les atomes de carbone semblent jouer un rôle secondaire, mais l'influence de l'amplitude de déformation sur M_5 est relativement modeste ce qui laisse penser que contrairement à ce qui est supposé par Schoeck, dans le cas de la ferrite il est vrai, les dislocations ne sont pas vraiment à l'origine de la dissipation d'énergie bien que leur présence soit nécessaire. Cette idée est d'ailleurs partagée par Gaillot et Gobin (3, 10). La variation de Q^{-1} avec la concentration en carbone suggère plutôt que le phénomène est lié à la redistribution des atomes de carbone.

Que la dissipation d'énergie vienne du mouvement des interstitiels est cohérente avec l'explication donnée pour les pics M_2 et M_3 dans le domaine D_1 . Pour deux martensites maclées fer-nickel-carbone à 0,3 et 0,8 % de carbone, l'importance de M_2 et M_3 est une fonction décroissante de la concentration et celle de M_5 en est une fonction croissante (*figure III.5*). Ces variations s'expliquent par le degré de piégeage des dislocations plus grand pour 0,8 % C que pour 0,3 % C.

L'hypothèse d'une dissipation par la diffusion du carbone est également en accord avec le fait que la hauteur du pic M_5 à concentration en carbone donnée est plus grande lorsque la martensite est cisailée par glissement que par maclage, en effet, le maclage réduit la concentration d'atomes piégés par les dislocations comme l'ont montré Kalish et Roberts (55).

d) Critique du modèle de Schoeck adapté à la martensite.

En plus des critiques énoncées dans le paragraphe précédent qui laissent penser que le mouvement des dislocations n'est pas la véritable source de dissipation d'énergie, il faut citer deux défauts de ce modèle lorsqu'il est adapté à la martensite.

- Le nombre de paramètre mis en jeu connus ou inconnus est si grand qu'aucune vérification expérimentale n'a pu être vraiment établie. En particulier, la largeur anormalement élevée du pic associée à une distribution log-normale de temps de relaxation n'est pas nécessairement associée à une distribution de segments de dislocations. A ce sujet, il faut signaler que l'élargissement du pic de Snoek par le nickel a été observé sur les alliages cubiques centrés par plusieurs auteurs (70, 71). Il est possible que la présence de nickel contribue en partie à cette modification de la largeur du pic M_5 .

- Dans l'évaluation de l'énergie d'activation de M_5 , on prend pour point de départ l'énergie d'activation dans la martensite voisine de 1 eV (70) alors que la tétragonalité de la martensite est fortement réduite à la température du pic (200°C)

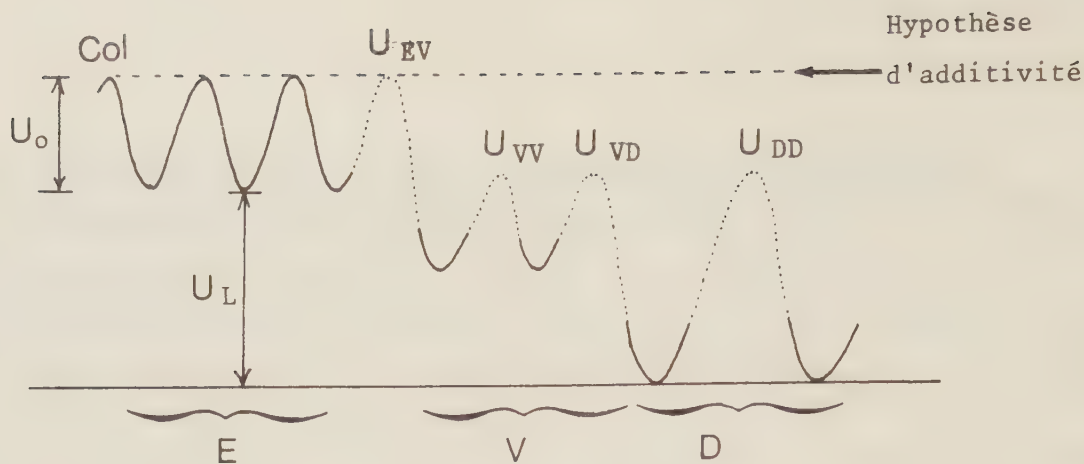
- L'énergie qui intervient dans le modèle de Schoeck (45) et les modèles dérivés (10, 85) est la somme de deux grandeurs de natures différentes :

- L'énergie d'activation pour la diffusion en volume U_0
- L'énergie de liaison carbone-dislocation et regroupement-dislocation U_L .

Su U_0 correspond bien au passage d'un col d'énergie U_L correspond à la différence de niveau énergétique entre deux positions non équivalentes. Pour fixer les idées, considérons trois positions extrêmes des atomes de carbone :

- E : carbone éloigné de la dislocation
- V : carbone voisin de la dislocation
- D : carbone dans le coeur de la dislocation.

La figure suivante illustre les niveaux énergétiques vraisemblables du carbone, les lignes pointillées correspondent aux cols de diffusion. U_{EV} , U_{VV} , U_{VD} et U_{DD} correspondent respectivement à la diffusion du carbone vers la dislocation, à celle entre les sites équivalents au voisinage de la dislocation, à la diffusion d'un atome du type V vers D et enfin à la diffusion dans le coeur de la dislocation. L'hypothèse d'additivité des énergies U_0 et U_L suppose ainsi la hauteur des cols identique pour les sauts $E \leftrightarrow E$, $E \leftrightarrow V$ et $E \leftrightarrow D$.



Niveaux énergétiques vraisemblables du carbone dans les différents sites octaédriques de la structure martensitique.

e) Possibilité de dissipation d'énergie par diffusion dans le coeur des dislocations (pipe diffusion).

Les discussions précédentes nous amènent à considérer un mécanisme lié à la diffusion du carbone et dépendant de la nature des dislocations présentes dans la martensite : la diffusion dans le coeur des dislocations (pipe diffusion).

Pour l'instant, il nous est impossible d'établir l'accord quantitatif entre les prédictions de ce modèle et les résultats expérimentaux ; cependant, qualitativement les points d'accord sont nombreux.

- α) - La diffusion du carbone dans la dislocation peut être à l'origine d'une dissipation anélastique. En effet, on peut penser qu'il y a dans le coeur des dislocations de sites interstitiels ($I_1, I_2, I_3, \dots$) apparentés sans doute aux sites octaédriques et de symétrie inférieure à la symétrie cubique (peut être même à la symétrie tétragonale). Les sauts des atomes de carbone sur ces sites et sous l'action des contraintes peuvent être à l'origine d'une dissipation d'énergie.
- β) - La largeur des pics peut s'expliquer par une distribution de temps de relaxation correspondant aux différences d'énergie d'activation entre les sites interstitiels liés à l'orientation de la dislocation.

γ) - Le fait que l'on ne connaisse pratiquement rien de la symétrie des sites $I_1, I_2, I_3 \dots$ ne permet pas de conclure à l'absence d'effet d'orientations. Dans le cas d'échantillons ferritiques écrouis monocristallins, la faible influence de l'orientation cristallographique sur le pic d'écrouissage est à l'origine du rejet de l'hypothèse de Köster (85) fondée sur une dissipation par réorientation d'interstitiels. En effet, dans l'hypothèse de Köster, il s'agit des sites interstitiels octaédriques O_x, O_y, O_z qui sont à l'origine de l'effet Snoek. En fait, cette absence d'effet d'orientation est mise en question dans les échantillons monocristallins de fer α dopés à l'azote (89).

δ) - La température de M_5 est en accord avec un mécanisme fondé sur la "pipe diffusion".

Contrairement à ce qui est parfois avancé, la diffusion des interstitiels dans les dislocations est plus difficile que dans le volume. D'après Friedel (90), on peut penser que $U_o < U_{DD} < U_o + U_{DC}$. On peut penser que U_{DD} est d'autant plus grande que l'imperfection du coeur de la dislocation est grande c'est-à-dire que b est élevé : l'énergie d'activation pour la diffusion du carbone dans les dislocations imparfaites $U_{DD(IP)}$ est inférieure à l'énergie d'activation pour la diffusion dans les dislocations parfaites $U_{DD(P)}$. Ceci est donc en accord avec le fait que la température de M_5 soit plus grande pour les martensites de glissement que pour les martensites maclées. Si l'on admet en première approximation que la différence $U_{DD(P)} - U_{DD(IP)}$ est du même ordre de grandeur que la différence $U_{D-C(P)} - U_{D-C(IP)}$, c'est-à-dire quelques dixièmes d'électron-volt, l'écart de 210 à 160°C s'explique très bien.

ε) - L'irréversibilité du spectre $Q^{-1}(T)$ peut s'expliquer par un modèle fondé sur la diffusion dans le coeur des dislocations par :

- la diminution de la densité d'interstitiels participant à la dissipation d'énergie est la conséquence de la précipitation de carbure. Cette précipitation débute vers 200°C et même vers 160°C dans le cas de martensite maclée d'après les études par microscopie électronique de Gridnev et Petrov (91).
- la diminution du nombre de sites favorables sur les dislocations qui est causée :

- soit par la précipitation de carbure sur les dislocations.
- soit par le réarrangement du réseau de dislocations.

La cinétique de recuit de M_5 semble plus rapide dans la martensite à bas point M_s que dans la martensite à haut point M_s . Ce phénomène s'explique bien si le recuit est lié à une diffusion du carbone dans les dislocations conduisant à la formation de précipités sur les dislocations. La diffusion du carbone vers les dislocations nous semble devoir conduire à une cinétique plus rapide en présence de dislocations parfaites qu'en présence de dislocations imparfaites : "la force vive" de la réaction étant liée à la différence d'énergie entre les positions interstitielles éloignées de dislocations et celles situées sur les dislocations mêmes.

ζ) - Le modèle de diffusion le long des dislocations est cohérent avec les résultats des expériences d'écrouissage à froid et à chaud obtenus par Gladmann et Pickering (66) et par Gaillot, Fantozzi et Gobin (3, 10) :

- L'écrouissage à froid n'a pratiquement pas d'effet sur le pic M_5 car il n'augmente pas la densité d'interstitiels sur les dislocations.
- L'écrouissage à chaud par contre, augmente sensiblement la population d'interstitiels sur les dislocations donc accroît l'intensité du frottement intérieur.

η) - La variation de l'intensité du pic M_5 suivant que la martensite est ou non maclée, bien qu'elle soit difficile à interpréter sans connaître les déformations principales des sites interstitiels, est en accord avec le modèle proposé. En effet, s'il s'agit d'une diffusion au voisinage des dislocations, il est probable que la quantité de carbone disponible au voisinage des dislocations parfaites est plus faible qu'au voisinage des dislocations imparfaites, alors que dans le coeur ces quantités sont inversées ce qui explique une intensité plus grande en présence de dislocations parfaites qu'en présence de dislocations de macles.

CONCLUSIONS

Les manifestations anélastiques observées lors de la transformation martensitique ont été utilisées pour vérifier les caractéristiques de l'échantillon. Nous avons mis en évidence, pour des martensites FeNiC, des phénomènes anélastiques à des températures bien inférieures à la température ambiante. Ces phénomènes n'apparaissent qu'avec des alliages dont la température M_s basse épargne tout vieillissement intempestif ce qui explique le nombre restreint d'étude qui leur ont été consacrées.

Entre la température d'ébullition de l'azote et la température ambiante, les caractéristiques des pics et surtout l'augmentation de module qui accompagne leur disparition nous ont conduit à imaginer un mécanisme fondé sur le piégeage de défauts mobiles. L'effet de l'amplitude de déformation et le peu d'influence de la fréquence sont en faveur d'une dissipation d'énergie fondée sur le mouvement des dislocations.

Entre 40 et 130°C, les phénomènes observés sont liés de très près à la précipitation du carbure ϵ . Cette précipitation est précédée de la mise en solution d'amas sub-critiques de carbone détectés par spectrométrie Mössbauer. Ceci libère des interstitiels qui diffusent et s'ordonnent sous l'action des contraintes appliquées entre 40 et 130°C environ.

Suivant les microstructures des martensites, maclage ou glissement, on observe un pic à 160 ou 210°C. L'interprétation proposée, fondée sur la diffusion du carbone dans le coeur des dislocations rend compte de l'influence de la microstructure des martensites. Selon le caractère parfait ou imparfait des dislocations produites lors de la transformation martensitique, la diffusion du carbone dans le coeur est plus ou moins rapide et toujours plus lente que dans la matrice.

Notre travail met en évidence la difficulté de vérifier un modèle simple de frottement intérieur. En effet, la population de défauts qui participe à la dissipation d'énergie est fortement métastable et évolue rapidement au cours des mesures. Il est alors nécessaire de considérer les grandeurs mesurées comme le produit de convolution de deux fonctions, l'une traduisant le mécanisme de dissipation et l'autre l'évolution métallurgique de l'échantillon.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III

- (1) J.F. DELORME *Thèse, Lyon, (1971)*
- (2) Y. BERTIN *Thèse, Poitiers, (1971)*
- (3) P. GAILLOT *Thèse, Lyon, (1973)*
- (4) M. CARRARD *Thèse, Paris (1974)*
- (5) E. CONOPHAGOS, L. HYSPECKA, *C.R. Ac. Sc. 274 C, (1972) 35*
J. PLUSQUELLEC, P. AZOU &
P. BASTIEN
- (6) E. CONOPHAGOS, L. HYSPECKA, *C.R. Ac. Sc. 274 C, (1972) 480*
J. PLUSQUELLEC, P. AZOU &
P. BASTIEN
- (7) E. CONOPHAGOS, L. HYSPECKA, *Mém. Sc. Rev. Métal. LXXI , n° 3, (1974) 139*
J. PLUSQUELLEC, P. AZOU &
P. BASTIEN
- (8) M. CARRARD, L. HYSPECKA, *Mem. Sc. Rev. Métal. LXXI , n° 3, (1974) 145*
J. PLUSQUELLEC, P. AZOU &
P. BASTIEN
- (9) Y. BERTIN, J. PARIZOT & *Scripta Met. 7, (1973) 769*
J. de FOUQUET
- (10) P. GAILLOT, S. ETIENNE, *Phénomènes anélastiques liés aux traitements*
G. FANTOZZI, P.F. GOBIN *thermomécaniques des aciers au carbone mar-*
tensitiques Journées Automne SFM Paris (1973)
- (11) C.M. WAYMAN *Introduction to the Crystallography of martensitic*
transformation Mac Millan New-York (1966)
- (12) J.W. CHRISTIAN *The theory of transformations in metals and alloys*
Pergamon Press (1965)
- (13) E.R. PETTY *Martensite - Fundamentals and technology*
Longman (1970)
- (14) PITSCH *J. Inst. Metals 87 (1958) 444*
- (15) P.M. KELLY & J. NUTTING *J. Iron Steel I 192 (1959) 246*
- (16) P.M. KELLY & J. NUTTING *Proc. Roy. Soc. 259, (1960) 45*
- (17) E.C. BAIN *Trans. AIME, 70, (1924) 123*
- (18) N.H.D. ROSS & A.G. CROCKER *Acta Met. 18 (1970) 405*
- (19) G. METAUER *Thèse, Nancy, 1972*
- (20) C. BARRETT, T.B. MASSALSKI *Structure of metals Mc Graw-Hill (1966)*
- (21) J.P. GOBIN *Journal de Physique - Colloque C₂ Supplément*
au n° 7, 32, C₂-119 (1971)

- (22) E. SCHEIL & J. MULLER *Archiv. Eisenh.* 27, 12, (1956) 801
- (23) C.W. GREENWOOD & R.H. JOHNSON *Proc. Roy. Soc. A* 283 (1965) 403
- (24) E. SCHEIL *Zeit. Anorg. All. Chem.* 207, (1932) 21
- (25) E. SCHEIL & W. THIELE *Archiv. Eisenh.* 12 (1938) 103
- (26) H.W. HAYDEN, W.G. MOFFATT, J. WULFF *The structure and properties of mat.* (1967)
- (27) G.R. SPEICH & W.C. LESLIE *Met. Trans.* 4, (1973) 1873
- (28) S. ACHAR *Thèse Université de Surrey* (1971)
- (29) P.G. WINCHELL & M. COHEN *Trans. AIME* 55 (1962) 347
- (30) M.H. RICHMANN & M. COHEN *The role of carbon and fine structure in the hardening of iron-nickel carbonyl martensite* ONR, DSR (1965) 7618
J.I.S.I. 162, (1949) 271
- (31) A.H. COTTRELL & A.T. CHURCHMAN *Scripta Met.* 3, (1969) 741
- (32) P.J. GAVIN *Proc. Symp. Phys. and Nondestructive Testing San Antonio Texas, Southwest Research Institute* (1963)
- (33) P.A. FLINN cité par L.M. EPSTEIN *Phys. Lett.* 22, (1966) 392
- (34) J.M. GENIN & P.A. FLINN *Trans. AIME* 242, (1968) 1419
- (35) J.M. GENIN & P.A. FLINN *Fiz. Met. Metall.* 25, 1 (1968) 98
- (36) V.I. ISOTOV & L.M. UTEVSKI *Fiz. Met. Metall.* 26, 6 (1968) 973
- (37) A.G. KHATCHATURIAN, T.A. ONIS-SIMOVA *Mém. Sci. Rev. Mét.* LXVII, 12 (1970)
- (38) G. KURDJUMOV *Trans. ASM* 62, (1969) 370
- (39) M. OKA & C.M. WAYMAN *Met. Trans.* 3, (1972) 1069
- (40) G.V. KURDJUMOV & A.G. KHACHATURIAN *Thèse, Nancy*, (1973)
- (41) J. FOCT *Trans. AIME* 218 (1960) 558
- (42) C.E. BEAULIEU, A. DUBE & G. LETENDRE *Can Met. Quart.* 1, 33 (1962)
- (43) C.E. BEAULIEU & A. DUBE *Fiz. Metal. Metall.* 26, 1, (1968) 147
- (44) V.I. SARRAK & S.O. SUVOROVA *Acta Met.* 7, (1959) 467
- (45) G. SCHOECK & A. SEEGER *Proc. Phys. Soc. A* 62, (1949) 49
- (46) A.H. COTTRELL & B.A. BILBY *Phil. Mag.* 21, (1970) 365
- (47) F. GIU *Physical acoustics* (W.P. Mason, ed) vol 3A chapter 4 Academic Press New-York (1966)
- (48) R.H. CHAMBERS *Internal friction of structural defects in crystalline solids* North Holland publishing Company (1972)
- (49) R. de BATIST *J. Phys. C* 2 (1971) 221
- (50) G.E. RIEU & J. de FOUQUET *Script. Met.* 8 (1974) 281
- (51) J.A. DICARLO

- (52) G. ALEFELD "Lattice defects and their interaction." Gord
Ber. Sc Pb (1967)
- (53) D.H. NIBLETT & J. WILKS Advan. Phys. 9 (1960) 1
- (54) A.S. NOWICK & P.S. BERRY Anelastic relaxation in crystalline solids
Academic Press New York (1972)
- (55) G. FANTOZZI Thèse, Lyon (1971)
- (56) D. KALISH & E.M. ROBERTS Met. Trans. 2, 10 (1971) 2783
- (57) C.S. ROBERTS Trans. TMS AIME 197, (1953) 203
- (58) V.K. PARE J. Appl. Phys. 32 (1961) 332
- (59) G.V. KURDJUMOV & A.K. MIKH- Fiz. Metal Metall. 22 (1966) 941
AYLOVA
- (60) J. HILDEBRANDT & W. DICKEN- Scripta Met. 6 (1972) 465
SCHEID
- (61) J. McGRATH & R. RAWLINGS Acta Met. 14 (1966) 1
- (62) H. MARQUIS, A. DUBE & Mem. Sci. Rev. Mét. LIX, n° 2 (1962)
G. LETENDRE
- (63) Y.V. PIGUZOV, M.A. KRISTAL Fiz. Metal Metall. 10, 2 (1960) 285
& S.A. GOLOVIN
- (64) I. TAMURA, T. MURA & J.O. Trans. AIME 221, (1961) 1158
BRITTAIN
- (65) R. WARD & J.M. CAPUS J.I.S.I. 201, (1963) 1038
- (66) T. GLADMAN & F.B. PICKERING J.I.S.I. 2, (1966) 112
- (67) T.S. KE & Y.L. MA Acta Phys. Sinica 11, (1955) 479
- (68) T.S. KE & Y.L. MA Acta Phys. Sinica 20, (1964) 72
- (69) W. KOSTER, L. BANGERT & Arch. Eisenh. 25 (1954) 569
R. HAHN
- (70) J.K. JACKSON, P.G. WINCHELL Trans. AIME 230 (1964) 216
- (71) J. HAHN Thèse, Poitiers (1974)
- (72) J. McGRATH & R. RAWLINGS Acta Met. 14, (1966) 1
- (73) V.N. GRIDNEV & YU N. PETROV Fiz. Metal Metall. 22, 1, 2 (1966) 215
- (74) J. McGRATH & R. RAWLINGS Acta Met. 12 (1964) 958
- (75) R.D. GARWOOD & G. THOMAS Met. Trans. 4 (1973) 225
- (76) C. ZENER Elasticity and anelasticity of metals Uni-
versity of Chicago Press (1948)
- (77) A.G. KHACHATURIAN & G.A. Phys. of Met. and Metallography 32, (1971) 1
SHATALOV
- (78) A.A. SMIRNOV Fiz. Met. Metall. 28, (1969) 28
- (79) R.A. JOHNSON Acta Met. 13, (1965) 1259

- (80) G.R. SPEICH *Trans. AIME* 245, (1969) 2553
- (81) G.R. SPEICH *Met. Trans.* 3 (1972) 1043
- (82) G.V. KURDJUMOV *Mém. Sci. Rev. Mét.* LXIV (1967) 2
- (83) M.L. BERNSHTEYN & D.V. LAPTEV *Fiz. Met. Metall.* 36 (1973) 115
- (84) J. SNOEK *Physica*, 8, (1941) 711
- (85) H. INO & T. SUGENO *Acta Met.* 15 (1967) 7
- (86) G.J. KLEMS, R.E. MINER,
F.A. HULTGREN & R. GIBALA *Internal conference on internal friction
and ultrasonic attenuation in crystalline
solids Aix-la-Chapelle* (1973)
- (87) L. HYSPECKA & K. MAZANEC *Mém. Sci. Rev. Mét.* LXV, (1968) 11
- (88) C. WERT & J. MARX *Acta Met.* 1 (1953) 113
- (89) M. NAKAMURA & T. SUGENO *Acta Met.* 21 (1973) 5
- (90) J. FRIEDEL *Dislocations Pergamon Press* (1964)
- (91) V.N. GRIDNEV & YU N. PETROV *Fiz. Met. Metall.* 22, 1, 2 (1966) 215

CONCLUSIONS GENERALES

Notre étude s'inscrit dans le cadre de travaux destinés à préciser le comportement des interstitiels dans les solutions solides et les composés interstitiels à forte teneur. Le choix de la technique d'étude principale : "le frottement intérieur" oriente nos travaux vers les caractéristiques mécaniques et le choix du matériau : les martensites à base de fer contenant du carbone laissent espérer des retombées dans le domaine des applications.

Dans les martensites à base de fer, le carbone joue un rôle direct : interaction avec les dislocations, avec les préprécipités et précipités, avec les joints de grains, les joints de phases, les atomes en substitution ... Il joue également un rôle indirect car sa plus ou moins grande abondance détermine certaines caractéristiques morphologiques : martensite maclée ou non et des conditions expérimentales liées à la position des courbes TTT, à la température M_s , au phénomène d'autorevenu...

Pour éviter les phénomènes d'autorevenu et les vieillissements incontrôlés favorisés par la grande mobilité du carbone dans le réseau tétragonal centré de la martensite, nous avons surtout utilisé des échantillons à température M_s inférieure à l'ambiante. La présence d'austénite retenue est alors susceptible de contribuer à la dissipation d'énergie responsable du frottement intérieur.

Le comportement anélastique d'échantillons entièrement austénitiques a donc été analysé en priorité. Un pic de relaxation dans l'austénite a été mis en évidence à 210°C pour une fréquence de 1 Hz. L'étude de ce pic a montré qu'il était dû à la diffusion d'atomes de carbone sous l'action de la contrainte mais que deux contributions sensiblement différentes sont à distinguer suivant que la symétrie du site interstitiel est rompue par le voisinage de lacune

ou d'atomes en substitution ici le nickel ou le manganèse. Les résultats de spectrométrie Mössbauer rendent en effet peu vraisemblable la formation de doublets d'atomes de carbone. Nos résultats montrent qu'au voisinage des lacunes le carbone diffuse mieux qu'au voisinage des substitutionnels, la différence d'énergie d'activation est de l'ordre de quelques centièmes d'électron-volt.

L'étude d'échantillons martensitiques contenant ou non de l'austénite retenue a été alors effectuée. La différence avec la plupart des travaux antérieurs tient :

- à une mesure simultanée et systématique de deux valeurs complémentaires, le frottement intérieur et la période liée au module dynamique de cisaillement.
- au domaine de température exploré pris aussi large que possible : de -196° à 250°C (77 à 523°K)
- aux teneurs en carbone ou en nickel permettant de maîtriser les microstructures de la martensite et l'influence de la composition à morphologie invariable.

Trois types de phénomènes qui se manifestent dans trois domaines de température différents ont pu ainsi être mis en relief :

- 1)- entre -196 à 40°C environ, apparaissent trois maxima de Q^{-1} , M_1 , M_2 et M_3 . L'influence de l'amplitude sur la variation de $Q^{-1}(T)$, la restauration de module observée après une première montée en température et le caractère irréversible des pics, nous ont conduit à proposer un mécanisme de piégeage pour interpréter les phénomènes anélastiques observés.

A la différence d'autres expérimentateurs, l'étude de l'influence de la concentration en carbone et de l'écrouissage nous a conduit à voir dans le mouvement des dislocations la source du frottement intérieur.

2) - Dans le domaine des températures moyennes de 40 à 130°C environ, apparaît sur une montée régulière de Q^{-1} avec la température un maximum M_4 ou une basse suivant la teneur en carbone et la teneur en nickel. Ce phénomène (M_4) est lié de près à la redistribution des atomes de carbone : mise en amas et précipitation du carbure ϵ .

Par spectrométrie Mössbauer, on détecte une mise en amas des atomes de carbone après un maintien de quelques heures à 20°C. Nous pensons que la redissolution de petits amas subcritiques qui précède et accompagne la formation de précipités de carbure ϵ , libère suffisamment d'interstitiels entre 40 et 130°C pour que leur diffusion sous l'action de la contrainte conduise à un phénomène de relaxation apparenté à l'effet de Snoek.

3) - Au-dessus de 140°C, la température d'apparition du pic M_5 est directement liée au type de cisaillement : maclage ou glissement qui intervient lors de la transformation martensitique : 160°C s'il y a des macles, 220°C s'il y a glissement. Le peu d'influence de l'amplitude sur le frottement intérieur nous a conduit à rejeter le mouvement des dislocations comme source de Q^{-1} . L'interprétation proposée doit cependant tenir compte de façon simple de la morphologie et des dislocations qui apparaissent : parfaites pour le pic à 220°C, partielles pour le pic à 160°C. La diffusion du carbone dans le coeur des dislocations, plus difficile dans les dislocations parfaites que dans les partielles, elle-même plus difficile que dans le volume rend assez bien compte des résultats obtenus.

A basse et à moyenne température, le nickel se révèle un "accélérateur" des mécanismes observés. Il favorise la mobilité des dislocations et la diffusion du carbone ce qui abaisse la température des phénomènes étudiés.

De façon générale, nous nous sommes, pour l'instant, le plus souvent contenté d'un accord qualitatif entre l'expérience et l'interprétation. L'accord quantitatif qui, de toute façon, n'est intéressant que lorsque la nature des phénomènes est correctement identifiée, est plus

difficile à obtenir. La raison principale de cette difficulté tient au caractère fortement métastable de la martensite : les manifestations anélastiques ne sont plus les simples traductions de phénomènes mécaniques mais le produit d'une évolution métallurgique par un ou plusieurs mécanismes de frottement intérieur. Du point de vue mathématique, ceci correspond à la convolution de fonctions traduisant les modèles de frottement intérieur par les distributions de défauts responsables du frottement. Ces distributions évoluent avec le temps et la température.

A basse température (de -196 à 40°C), l'évolution de la distribution est due au piégeage progressif par le carbone des dislocations initialement mobiles ; dans le domaine des températures moyennes (40 à 130°C), la densité d'atomes de carbone mobiles et leur temps de relaxation est fonction de l'état de précipitation du carbure ϵ . En attribuant au mouvement des atomes de carbone dans le coeur des dislocations l'origine du pic de frottement intérieur observé vers 160 ou 210°C suivant que la martensite est maclée ou non, nous rendons qualitativement compte de l'influence des microstructures sur la température du pic. Le caractère évolutif et irréversible du phénomène est sans doute lié à la précipitation des atomes de carbone mobiles dans le coeur même des dislocations et au réarrangement du réseau de dislocations caractéristique du mode de cisaillement entraîné par la transformation martensitique.

L'étude systématique des distributions de défauts mobiles et de leur évolution nous semble précéder ou du moins accompagner l'étude des mécanismes anélastiques relatifs aux différents types de défauts. Expérimentalement, cette étude exige le dépouillement rigoureux des mesures de frottement et de période effectuées à température variable et dans des conditions isothermes. Avant d'analyser numériquement par ordinateur les données expérimentales, il est nécessaire d'améliorer la technique même d'acquisition des résultats. Cet objectif impose une conduite des expériences par un ordinateur fonctionnant en temps réel (1).

A côté des améliorations de caractère théorique ou expérimental liées au seul frottement intérieur, il est nécessaire d'approfondir la connaissance des caractéristiques structurales et métallurgiques des matériaux étudiés par d'autres techniques : spectrométrie Mössbauer, microscopie électronique... L'élaboration et le contrôle des échantillons déterminent aussi la qualité des résultats finaux. A ce titre, la possibilité d'élaborer des échantillons martensitiques pratiquement monocristallins (2) laisse espérer d'intéressantes confrontations entre certaines hypothèses et la réalité expérimentale.

Une fois surmontées les difficultés précédentes, l'étude des martensites par frottement intérieur permettra d'une part d'éclaircir quelques propriétés fondamentales du mouvement des dislocations et de l'influence des éléments d'alliage interstitiels ou substitutionnels, d'autre part, une lumière supplémentaire apparaîtra sans doute dans le domaine des propriétés mécaniques si important pour les applications : fragilité, rupture, fatigue des aciers (3, 4).

BIBLIOGRAPHIE

- (1) M. DUFAUT, J. FOCT & R. HUSSON *Communication personnelle*
- (2) L.I. LYSAK, Y.N. VOVK & Y.M. POLISHCHUK *Fiz. Metal. Metall.* 23 (1967) 5, 898
- (3) W.J. BRATINA *"Physical acoustics" Mason IIIA (1966)*
- (4) P. PEGUIN *Revue Mécanique matériaux électricité*
N° spécial "Elasticité et inélasticité
des matériaux".

NOM DE L'ETUDIANT : HOANG GIA KY

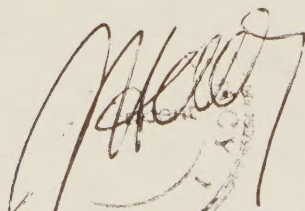
NATURE DE LA THESE : DOCTEUR INGENIEUR

VU, APPROUVE

& PERMIS D'IMPRIMER

NANCY, le 2 JUIN 1975

LE PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I



R. HELLUY

